



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV MIKROELEKTRONIKY

DEPARTMENT OF MICROELECTRONICS

OPTIMALIZACE TECHNOLOGIE A DETEKCE DEFEKTŮ KERAMICKÝCH STRUKTUR

OPTIMIZATION OF FABRICATION TECHNOLOGY AND DEFECT DETECTION
FOR CERAMICS STRUCTURES

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Filip Chyťá

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Josef Skácel

BRNO 2017



Bakalářská práce

bakalářský studijní obor **Mikroelektronika a technologie**

Ústav mikroelektroniky

Student: Filip Chyťá

ID: 186096

Ročník: 3

Akademický rok: 2017/18

NÁZEV TÉMATU:

Optimalizace technologie a detekce defektů keramických struktur

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Proved'te rešerši v oblasti technologie vytváření keramických struktur pro mikroelektronické aplikace. Zaměřte se na používané materiály, jejich složení, technologie přípravy a detekci defektů v keramických strukturách. Přehledně popište získané informace v teoretickém rozboru. Na základě získaných informací navrhnete technologický postup pro vytvoření struktur a navrhnete testovací proceduru pro detekci defektů z pohledu mechanického a elektrického.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

- [1] CERAMIC PACKAGING TECHNOLOGIES, 1995. [online], 1995. [Accessed 20 September 2016]. Retrieved from: <http://www.wtec.org/loyola/ep/c4s4.htm>
- [2] Introduction to Ceramic Shell Investment Casting, 2015. [online], 2015. [Accessed 20 September 2016]. Retrieved from: <http://www.ransom-randolph.com/intro-to-ceramic-shell-casting.html>

Termín zadání: 5.2.2018

Termín odevzdání: 31.5.2018

Vedoucí práce: Ing. Josef Skácel

doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D.

předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor semestrální práce nesmí při vytváření semestrální práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

ABSTRAKT

Tato práce se zabývá problematikou defektů v keramických strukturách a pouzdrech, jejich detekci a následnou optimalizací výrobního procesu, aby došlo k eliminaci těchto vad. První kapitola shrnuje keramické materiály v elektrotechnice a zabývá se konkrétně Al_2O_3 a materiálem GRANALOX 9620 F a optimalizací jeho výrobního procesu. Druhá kapitola pojednává o přípravě keramického prášku a jeho následném zpracování. Třetí kapitola se zabývá detekcí defektů v takto vzniklých keramických pouzdrech, testováním jejich elektrických, teplotních a mechanických vlastností. V další kapitole se věnuji mému pracovnímu postupu, který jsem použil při výrobě pouzder, samotnému způsobu výroby a otestování pouzder včetně porovnání jejich vlastností.

KLÍČOVÁ SLOVA

Pouzdro, oxidová keramika, čip, pouzdření, integrovaný obvod, oxid hlinitý

ABSTRACT

This work deals with the problems of defects in ceramics structures and packages, their detection and subsequent optimization of the manufacturing process in order to eliminate these defects. The first chapter summarizes ceramic materials in electrical engineering and deals specifically with Al_2O_3 and material GRANNALOX 9620 F and optimization of its production profile. The second chapter deals with preparation of the ceramic powder and its subsequent processing. The third chapter deals with detection of defects in the thus formed ceramic packages, testing their electrical, thermal and mechanical makings. In the next chapter I deal with my workflow, which I used in the production of packages, the way of production and testing of packages, including comparison of their makings.

KEYWORD

Package, oxide ceramics, chip, packaging, integrated circuit, aluminum oxide

CHYŤA, F. Optimalizace technologie a detekce defektů keramických struktur. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Ústav mikroelektroniky, 2018. 55 s., 5 s. příloh. Bakalářská práce. Vedoucí práce: Ing. Josef Skácel

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucímu bakalářské práce panu Ing. Josefu Skácelovi, za odborné vedení, konzultace, trpělivost a podnětné návrhy k práci.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svoji bakalářskou práci na téma Optimalizace technologie a detekce defektů keramických struktur jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího semestrálního projektu a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této bakalářské práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujícího zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

OBSAH

SEZNAM OBRÁZKŮ	7
ÚVOD	9
1 MATERIÁLY V ELEKTROTECHNICE	10
1.1 ROZDĚLENÍ KERAMIKY	10
1.2 KORUNDOVÁ KERAMIKA NA BÁZI Al_2O_3	11
1.2.1 Granalox 9620 F	11
2 TECHNOLOGIE PŘÍPRAVY	13
2.1 PŘÍPRAVA KERAMICKÉHO PRÁŠKU.....	13
2.2 PROCESY LISOVÁNÍ.....	14
2.2.1 Jednoosé lisování	14
2.2.2 Izostatické lisování	15
2.2.3 Metoda vstřikování	16
2.2.4 Metoda vytlačování.....	17
2.2.5 Odlévání gelu	17
2.2.6 Odlévání pásu	18
2.3 SINTROVÁNÍ KERAMIKY	18
3 DETEKCE DEFEKTŮ.....	19
3.1 MECHANICKÉ TESTOVÁNÍ	19
3.1.1 Pevnost	19
3.1.2 Tvrdost	21
3.1.3 Odolnost proti prasklinám.....	23
3.1.4 Vysoké pnutí.....	23
3.1.5 Únava materiálu	24
3.2 TEPLOTNÍ TESTOVÁNÍ.....	25
3.2.1 Teplotní roztažnost	25
3.2.2 Tepelná vodivost	27
3.2.3 Tepelná kapacita	29
3.3 NEDESTRUKTIVNÍ TESTY.....	30
3.3.1 Ultrasonografie.....	30
3.3.2 Radiografie	31
3.4 TESTOVÁNÍ ELEKTRICKÝCH VLASTNOSTÍ	34
3.4.1 Elektrická odolnost při zvýšených teplotách.....	34
4 OPTIMALIZACE VÝROBY A TESTOVÁNÍ POUZDER.....	35

4.1	LISOVÁNÍ POUZDER.....	35
4.2	NÁVRH NOVÉ FORMY.....	38
4.2.1	Popis funkce.....	39
4.3	SINTROVÁNÍ POUZDER.....	40
4.4	MECHANICKÉ TESTOVÁNÍ.....	41
4.4.1	Výsledky měření.....	42
4.4.2	Porovnání se substrátem kupovaným.....	43
4.5	ELEKTRICKÉ TESTOVÁNÍ.....	45
4.5.1	Příprava vzorků na měření.....	47
4.5.2	Výsledky měření.....	48
ZÁVĚR.....		49
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....		50
SEZNAM TABULEK		53
A) PŘÍLOHY		54

SEZNAM OBRÁZKŮ

obr. 1.1: Vlastnosti materiálu Granalox 9620 F [3]	12
obr. 1.2: Teplotní profil daný výrobcem.....	12
obr. 2.1: Jednoosé lisování [5]	14
obr. 2.2: Izostatické lisování [5]	15
obr. 2.3: Vstřikování do formy [5].....	16
obr. 2.4: Metoda vytlačování [5].....	17
obr. 2.5: Sintrování [5]	18
obr. 3.1: Ukázka přístrojů pro test různých mech. vlastností [6]	19
obr. 3.2: Metody testování ohybu [5].....	21
obr. 3.3: Graf závislosti tvrdosti na působící síle pro dvě různé metody [6].....	21
obr. 3.4: Vickersova metoda [7]	22
obr. 3.5: Knoopova metoda [7]	22
obr. 3.6: Metoda Hopkinsonovy měrné dělené tyče [8]	24
obr. 3.7: Dilatometr [9]	26
obr. 3.8: Princip fungování Hot Plate techniky [10]	27
obr. 3.9: Princip metody laserového záblesku [6]	28
obr. 3.10: Rentgen XD7600NT Ruby FP [11]	32
obr. 3.11: Fotka vzorku z rentgenu č.1.....	33
obr. 3.12: Fotka vzorku z rentgenu č.2.....	33
obr. 4.1 Rozložená forma.....	35
obr. 4.2 Složená forma připravená na naplnění.....	36
obr. 4.3 Naplněná forma.....	36
obr. 4.4 Váha s naplněnou formou.....	37
obr. 4.5 Zdeformovaná pouzdra.....	38
obr. 4.6 Nová forma.....	39
obr. 4.7 Pec ST-1700MX [18].....	40

obr. 4.8 Optimalizovaný profil.....	41
obr. 4.9 Shimadzu AGS-X [17]	42
obr. 4.10 Tříbodová metoda ohybu [19]	44
obr. 4.11 Keithley 6487 [22]	45
obr. 4.12 Sondy a Faradayova klec.....	46
obr. 4.13 Interlock konektor [21]	46
obr. 4.14 Přípravek na vytvoření elektrod	47
obr. 4.15 Elektrodový systém	47

ÚVOD

Keramika se používala již v minulosti na výrobu nádob a jiných předmětů. V současnosti ji spíše používáme v elektronice a elektrotechnice z důvodu jejích skvělých izolačních vlastností, pevnosti, tvrdosti, chemické stálosti apod. Používá se na výrobu keramických pouzder a substrátů na které vytváříme další struktury hybridních integrovaných obvodů.

Na výrobu těchto keramických pouzder a struktur se používají keramické prášky nebo “brečky“, které se dále zpracovávají lisováním a jinými metodami, pomocí kterých se neforemné keramické hmotě dá požadovaný tvar. Takto vzniklé výrobky tzv. “green body“ se dále vypalují (sintrují), aby keramika dosáhla požadované pevnosti, tvrdosti a dalších vlastností nezbytných pro využití.

Před nasazením pouzder a substrátů je však důležité otestovat jejich vlastnosti. Zda byl zvolen dostatečný tlak při lisování, popřípadě vhodná doba a teplota výpalu. Mezi testované vlastnosti se řadí pevnost, tvrdost, pnutí, odolnost proti prasklinám a únava materiálu. Dále se testují teplotní vlastnosti jako je teplotní vodivost a kapacita, kvůli dostatečnému odvodu tepla z obvodů umístěných v pouzdře nebo na substrátu. Teplotní roztažnost se testuje abychom zjistili chování pouzder i substrátů při zahřívání obvodu.

V praktické části autor porovnává vlastnosti keramických vzorků vypálených podle teplotního profilu výrobce a vlastního optimalizovaného profilu. Otestovány byly mechanické a elektrické vlastnosti těchto vzorků a bylo provedeno srovnání těchto profilů a jejich vhodnost pro jednotlivé aplikace.

1 Materiály v elektrotechnice

V elektrotechnice se používá velké množství keramických materiálů a tvoří nedílnou součást tohoto odvětví. Různé keramické hmoty se využívají pro výrobu kondenzátorů. Korundové substráty a vícevrstvá pouzdra pro vytváření a pouzdření integrovaných obvodů. Piezokeramické hmoty na bázi PbO , ZrO_2 , TiO_2 , jejichž přímého piezoelektrického jevu využívají měniče mechanické energie na elektrickou (např. v defektoskopech). Na nepřímém piezoelektrickém jevu jsou založeny výkonové měniče. Tělíska z nízkoalkalické keramiky s přesně broušeným a vysoce jakostním povrchem, určená pro výrobu miniaturních odporů s kovovou vrstvou, které jsou určeny pro zpracování na automatizovaných výrobních linkách. Tato technologie nahradila rozměrné odpory s uhlíkovou vrstvou. Dále piezoelektrické leštěné krystalové jednotky pro kmitočty až do 160MHz i výše. Je mnoho dalších příkladů keramických materiálů a jejich použití v elektrotechnice. [1]

1.1 Rozdělení keramiky

Obecně lze keramiku rozdělit na keramiku:

1. Konstrukční
 - izolanty, dielektrika
2. Funkční
 - kondenzátorová keramika
 - piezoelektrická keramika
 - pyroelektrická keramika
 - optoelektrická keramika
 - feroelektrická keramika
 - feritová keramika
 - polovodivá keramika
 - iontová keramika
 - supravodivá keramika

Keramiku lze dále rozdělovat podle chemického složení na:

1. Oxidová keramika
 - Al_2O_3 , SiO_2 , ZrO_2 , MgO , Fe_2O_3 , BeO , CaO , TiO_2 , SnO_2 , ThO_2 , PuO_2 , UO_2 , oxidy vzácných zemin

2. Neoxidová keramika

- karbidy (SiC, B₄C, TiC, ZrC, Mo₂C, VC, WC, ThC, HfC, NbC)
- nitridy (BN, Si₃N₄, TiN, ZrN, TaN, UN, ThN, SiAlON)
- boridy (Ti₂B, ZrB₂, TaB₂, HfB₂, ThB₂)
- silicidy (MoSi₂, ZrSi, ZrSi₂, Ti₅Si₃, TaSi₂, TiSi₂)

3. Titaničitá keramika

- BaTiO₃, SrTiO₃, CaTiO₃

4. Sulfidová keramika

- BaS, CeS, US, ThS, CdS, ZnS

5. Kovokeramika-cermenty

- Al₂O₃, ZrO₂, MgO, BeO, ThO₂, Y₂O₃ + W, V, Mo, Ta, Ti, Zr, Si, Cr, Co, Ni, Nb

Další rozdělení lze provádět například podle použití, mechanických funkcí, termických funkcí apod.

1.2 Korundová keramika na bázi Al₂O₃

V oblasti technické keramiky převažují výrobky z oxidové keramiky. Oxid hlinitý Al₂O₃ je jedním z nejdůležitějších a nejvíce průmyslově využívaným keramickým materiálem. Je používán v mnoha aplikacích, které vyžadují vysokou otěruvzdornost, vysokou tvrdost, chemickou odolnost (velmi dobrá odolnost proti kyselinám a zásadám). Používá se při vysokých teplotách. Nevýhodou je slabší odolnost vůči teplotním šokům, a relativní vysoká křehkost. Je nejpoužívanější keramikou. Výrobky z oxidu hlinitého se uplatňují jako bioimplantáty, iontové vodiče, polovodičové zařízení, trysky, izolace, součásti odolné proti opotřebení, těla svíček ve spalovacích motorech, řezné nástroje, otěrové části (např. vodiče textilních vláken), filtry a membrány, substráty pro elektronické obvody, pancéřování aj. V monokrystalické formě se Al₂O₃ využívá díky svým optickým vlastnostem na výrobu syntetických drahokamů a pro laserové aplikace. V polykrystalické formě se používá jako žáruvzdorný materiál, brusná zrna, zápalné svíčky do automobilů a inženýrská konstrukční keramika. [2]

1.2.1 Granalox 9620 F

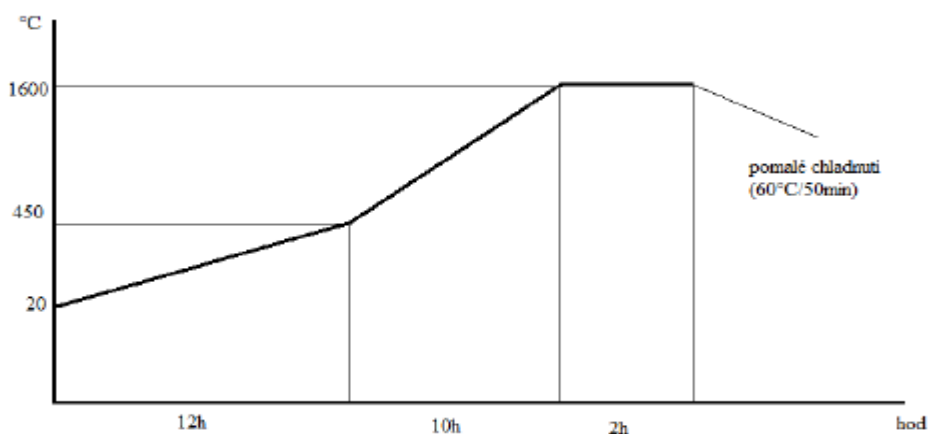
Tento materiál vyrábí firma Nabaltec AG. Je to materiál, který je použit na výrobu pouzder. Zaměřením tohoto výzkumu bylo zkrácení doby vypalovacího profilu na co

nejkratší dobu při zachování stejných nebo alespoň dostatečných kvalitativních vlastností a optimalizovat technologii výroby, aby keramická pouzdra splňovala požadavky na použití.

GRANALOX®

Chemické složení	Jednotky	NM 9620 F
Al_2O_3	[%]	96
Na_2O	[%]	0.1
Fyzikální vlastnosti		
Střední velikost krystalu	[μm]	2
Průměrná velikost granulátu	[μm]	80 - 120
Objemová hustota	[kg/m^3]	1200 - 1300
Obsah vlhkosti	[%]	0.2 - 0.5
Ztráta hmotnosti po výpalu	[%]	4.0
Procesní vlastnosti		
Sintrovací teplota	[°C]	1620
Doba sintrování	[h]	1
Interval sintrování (slisované keramické části)	[°C]	1580 - 1700
Hustota sintrování	[g/cm^3]	3.70 - 3.80
Izotropní lineární smrštění	[%]	13.0 - 14.0

obr. 1.1: Vlastnosti materiálu Granalox 9620 F [3]



2 Technologie přípravy

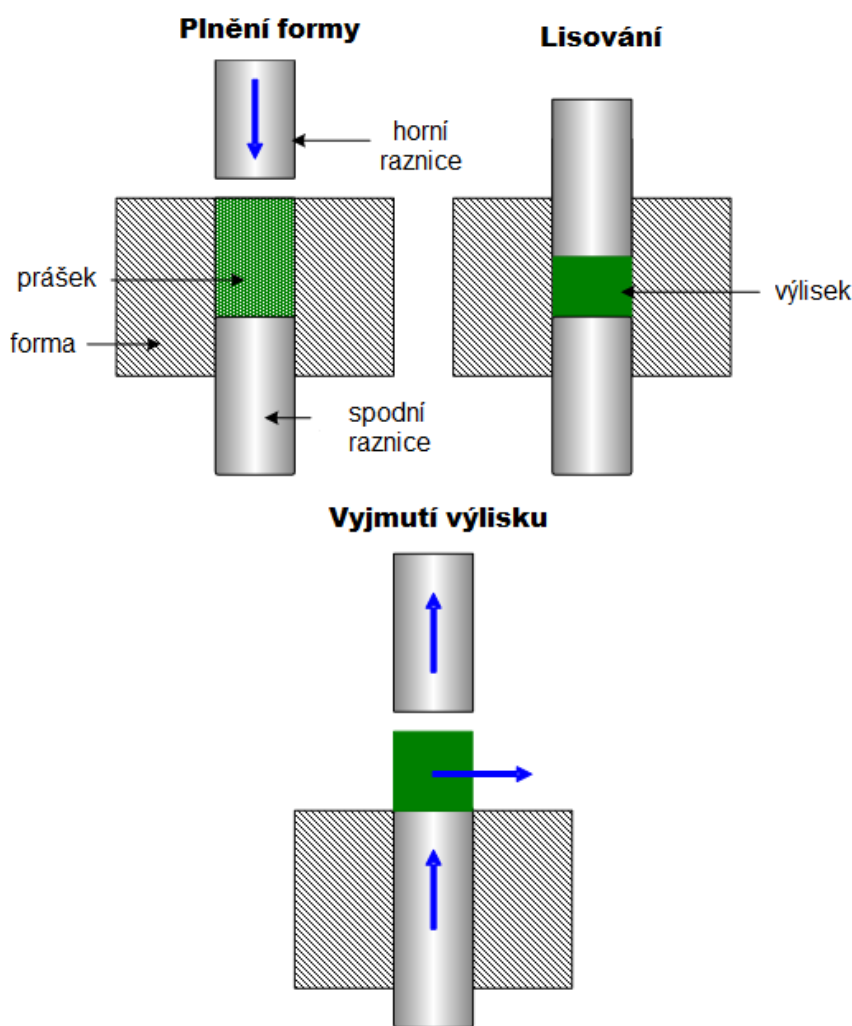
2.1 Příprava keramického prášku

Před samotným procesem lisování pouzdra musí být keramický prášek připraven na tento proces. Tato příprava je stejně tak důležitá jako samotný proces vytváření pouzdra a hraje roli ve finální podobě a kvalitě výsledné keramické struktury. Křehká povaha keramiky vstupuje do procesu lisování a konstrukce prášku dvěma způsoby. Za prvé jsou částice nedeformovatelné, a tak může zhutňovací proces dosáhnout v nejlepším případě 60–65 % teoretické hustoty materiálu. Za druhé pro mikrostrukturu keramických výrobků je žádoucí vysoká hustota a velká jemnost zrna. Mikrostruktura je velice tvrdá a křehká, a proto je velice citlivá na nedokonalosti spojené s neúplným zhuštěním. Proto musí být prášek navržen s ohledem na slinování, což je metoda výroby předmětů z práškových hmot jejich zahřátím na vysokou teplotu, avšak pod jejich teplotu tání, přičemž dochází k vzájemnému splynutí práškových částic. Rozumnou cestou je proto použít prášek s jemnými částicemi. Částice o průměru menším než cca 1 μm mají například vyšší míru slinování ve srovnání s většími částicemi. Jemné částice jsou důležité pro vytvoření požadované husté, jemně zrnité mikrostruktury, jejich tokové vlastnosti jsou však špatné. Proto se před lisováním prášek granuluje. Tato granulace také umožňuje přidávat organická pojiva, maziva a změkčovadla, která napomáhají při sestavování a vývoji pevné struktury. [4]

2.2 Procesy lisování

2.2.1 Jednoosé lisování

Cílem jednostranného lisování je rychlost, reprodukovatelnost a tvorba kvalitní struktury. Požadované vlastnosti jsou jednotnost, žádné defekty, vysoká hustota a vysoká pevnost. Na obr. 2.1 můžeme vidět proces jednoosého lisování.



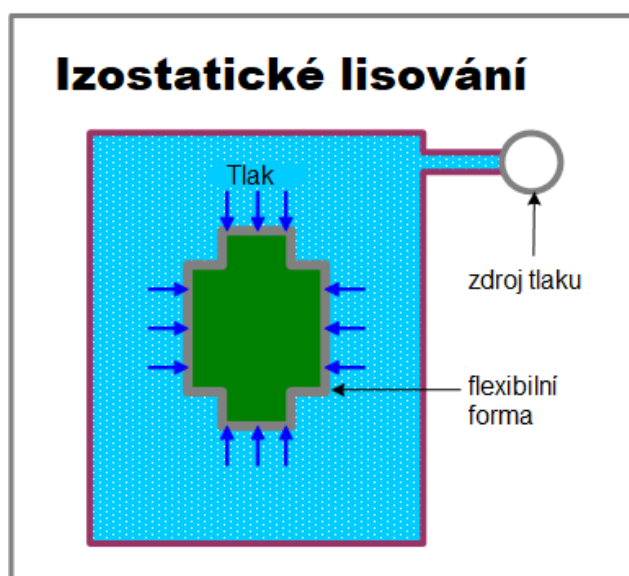
obr. 2.1: Jednoosé lisování [5]

Lisovací proces se skládá z několika fází. První fází je naplnění formy práškem. Druhá fáze je, že horní raznice lisuje prášek daným tlakem. Tlak se pohybuje v rozmezí 69 MPa až 830 MPa. Poté proběhne vyjmutí výlisku. Lisovací cyklus se opakuje 400 až 5000krát za hodinu, v závislosti na typu lisu, vlastnostech prášku a velikosti výlisku. Pro lisování prášku se používají hydraulické a mechanické lisy. Lisování, které se provádí při pokojové teplotě, se nazývá lisování za studena. Pokud je proces lisování

při vysoké teplotě, nazývá se lisování za tepla. Lisování za tepla dosahuje lepší hustoty materiálu a vyšší pevnosti výlisku. Lisování se používá k výrobě třecích dílů, magnetické keramiky, kondenzátorů a substrátů. [5]

2.2.2 Izostatické lisování

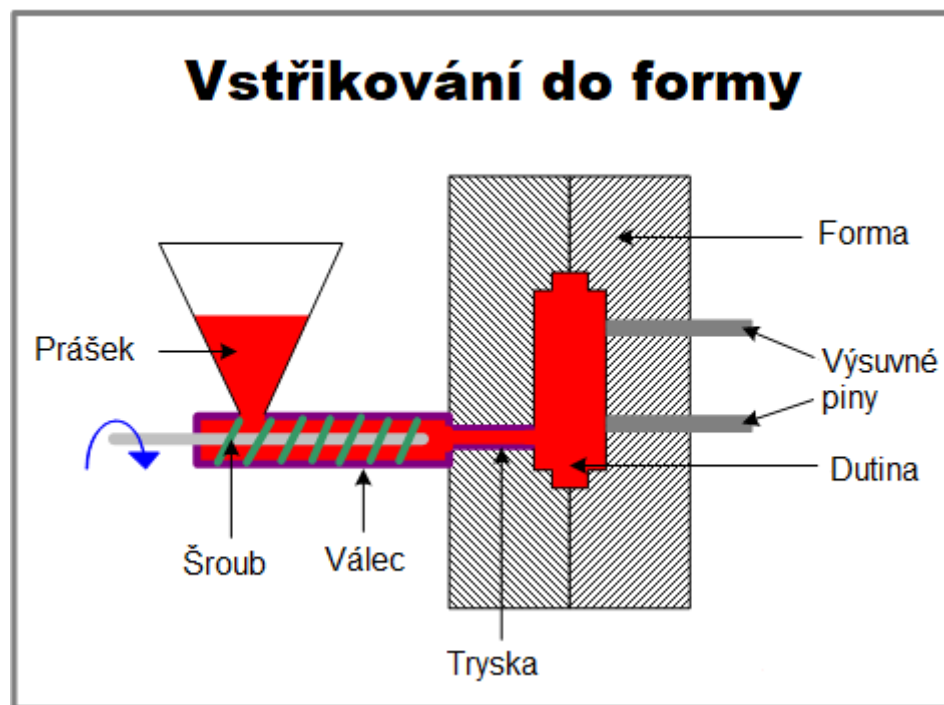
Izostatické lisování je metoda zhutňování prášku zahrnující tlak z více směrů kapalným nebo plynným médiem obklopujícím zhutněnou část. Izostatické lisování za studena se provádí při pokojové teplotě. Ohebná (obvykle polyuretanová) forma ponořená do tlakového kapalného média (běžně používaná voda) se používá při metodě izostatického lisování za studena. Existují dva typy izostatického lisování za studena: mokrý vak a suchý vak. Při mokřím vaku se forma oddělí a doplní po každém tlakovém cyklu. Tato metoda je vhodná pro velké a komplikované součásti. Při suchém vaku je forma součástí nádoby. Metoda suchého vaku se používá pro zhutňování jednodušších a menších částí. Výhodou lisování za studena je velká komplexnost forem, například lze vytvářet dlouhé tenkostěnné trubičky. Dále se používá izostatické lisování za tepla. Jako tlakové médium se používá plyn (dusík nebo argon). Pracovní tlaky, které jsou aplikovány metodou horkého izostatického lisování, jsou mezi 100 MPa až 300 MPa. Izostatické lisování za tepla má tu výhodu, že při něm zároveň dochází k sintrování keramiky. Části jsou tak pevnější bez velkého množství pórů a dutin oproti lisování za studena. V této metodě se používají nádoby z nerezavějící oceli nebo měkké oceli.[5]



obr. 2.2: Izostatické lisování [5]

2.2.3 Metoda vstřikování

Vstřikování je způsob zhutnění keramického prášku tak, že je do formy vtlačován pomocí šroubovice uvnitř válce. Metoda je podobná vstřikování plastů. Základní schéma způsobu vstřikování je znázorněno na obr. 2.3.



obr. 2.3: Vstřikování do formy [5]

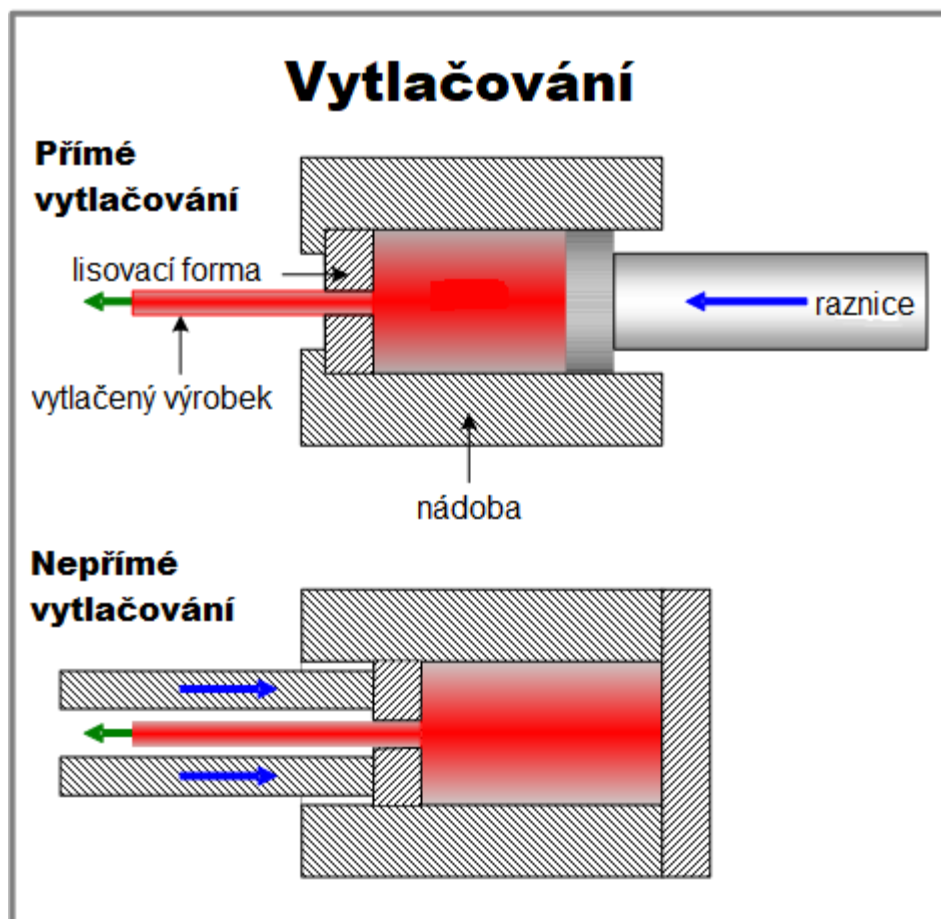
Technologie zpracování zahrnuje následující etapy:

- Smíchání keramického prášku z 30-40 % pojiva (nízko tavitelného polymeru)
- Vstřikování horkého prášku s roztaveným pojivem do formy pomocí šroubu
- Odstranění formy
- Odstranění pojiva buď vodou, rozpouštědlem nebo ohřevem
- Sintrování

Metoda vstřikování je široce používána pro výrobu malých dílů, které mají složité tvary. Lisovací cyklus vstřikování je přibližně 10 sekund, což je mnohem méně než doba lisování v alternativních metodách – 10-20 min. Metoda umožňuje vyrábět části s nízkou tolerancí kvůli smrštění. Toto smrštění je zohledněno při návrhu formy. [5]

2.2.4 Metoda vytlačování

U této metody jsou dva možné způsoby vytlačování keramické pasty z formy, jak je znázorněno na obr. 2.4.



obr. 2.4: Metoda vytlačování [5]

Raznice vytlačuje keramickou pastu z formy a vzniká dlouhý prut, který může být poté rozřezán na části požadované délky. Tato metoda se používá při výrobě termočlánků, trubek výměníků tepla apod.

2.2.5 Odlévání gelu

Odlévání gelu je proces tvarování suspenze připravené z keramického prášku smíchaného s roztokem organického monomeru. Když se vzniklá kaše nalije do formy, monomer začne polymerovat, čímž se tvoří gel, který se váže. Takto vzniklé části mohou být poté opracovány před vypálením. Tento postup se používá při výrobě rozsáhlých komplexních součástí, jako jsou turbínové rotory. [5]

2.2.6 Odlévání pásu

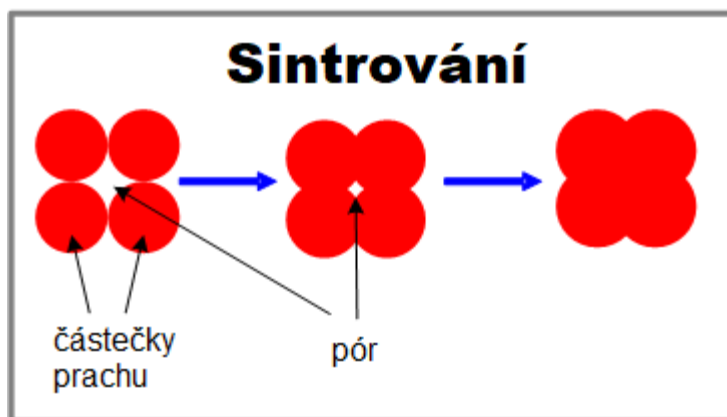
Odlévání pásu je proces vytváření tenké vrstvy keramické kaše na plochem povrchu. Tloušťka vrstvy kaše je řízena okrajem nože umístěným nad pohyblivým nosným povrchem. Rozpouštědlo, které je obsaženo v suspenzi, se odpařuje, což vede k vytvoření keramického archu, který může být odstraněn z nosné plochy. Odlévání pásu se používá pro výrobu vícevrstvé keramiky pro kondenzátory a dielektrické izolátory. [5]

2.3 Sintrování keramiky

Sintrování keramiky je proces zpevňování částic keramického prášku tím, že jsou zahřáty pod teplotu tání, kdy částičky difundují do sousedních. Při sintrování dojde ke snížení povrchové energie částic. Během procesu difúze se póry zmenšují nebo dokonce ztratí, což má za následek zlepšení mechanických vlastností. Snížení pórovitosti způsobené procesem sintrování je určeno úrovní počáteční poréznosti materiálu a časem sintrování. Úroveň sintrování se zvýší, pokud dojde k procesu kapalně fáze. Sintrování čisté oxidové keramiky vyžaduje dlouhou dobu a vysokou teplotu, protože difúze probíhá v pevném stavu. Použitím tlaku se snižuje doba slinutí a poréznost. Tunelové pece a periodické pece se běžně používají pro slinování keramiky. Při pravidelném ohřevu a chlazení se doporučují stupně slinování podle předepsaného postupu. V tunelových pecích jsou slinuté části dopravovány v různých teplotních zónách. Typická tunelová pec má tři zóny:

- Zóna přehřívání pro odstraňování maziva a dalších organických materiálů
- Zóna sintrování, kde dochází k difuzi
- Chladicí zóna, kde dochází ke zchlazení sintrovaných částí

Sintrování může být prováděno v různých prostředích: vzduch, inertní atmosféra. [12]



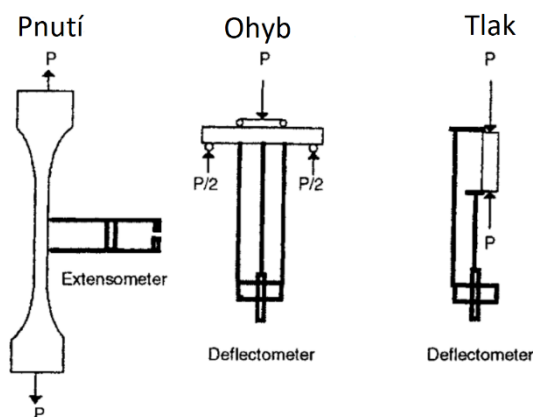
obr. 2.5: Sintrování [5]

3 Detekce defektů

Detekce defektů je velice podstatnou částí výrobního procesu keramických struktur. Různé druhy testovacích metod nám pomáhají zjistit jejich různé vlastnosti a chyby. Tyto metody můžeme rozdělit na několik kategorií podle toho co na dané strukturu zkoumají. Patří mezi ně mechanické testy, teplotní testy, nedestruktivní testování a testování elektrických vlastností.

3.1 Mechanické testování

S vzrůstající rolí keramiky v technologii je další porozumění mechanickým vlastnostem stále důležitější. To vyústilo v použití a standardizaci různých testovacích metod pro lepší porozumění a kvantifikaci mechanických vlastností. Zkušební metody testují takové vlastnosti jako je pevnost, únava materiálu, odolnost proti prasklinám, roztékavost a pomalý růst prasklin, které přispívají k návrhu, vědeckému porozumění a odhadu životnosti. [6]



obr. 3.1: Ukázka přístrojů pro test různých mech. vlastností [6]

3.1.1 Pevnost

Jednou z nejdůležitějších vlastností, která charakterizuje materiál je pevnost. Pro určení pevnosti daného keramického materiálu se používají různé zkušební metody. Obvykle je pevnost zlomeniny rovna maximálnímu namáhání v místě zlomeniny, což vyžaduje, aby bylo známo rozložení napětí ve zkušebním vzorku. Běžným zdrojem chyb v testech měřících pevnost lomu je, že pevnost keramických materiálů je silně ovlivněna velikostí, geometrií a povrchovou úpravou zkušebního vzorku. Mezi nejběžnější metody měření pevnosti lomu patří rovnoměrné jednoosé zatížení, nerovnoměrné jednoosé zatížení a biaxiální zatížení. Zkoušky jednoosého namáhání zátěží se provádějí uvedením daného zkušebního vzorku do stavu napětí nebo stlačení. Při testování

v jednosměrném napětovém poli se řídí proměnná napětí, která umožňuje stanovit mechanické chování při daném zatížení. Zkoušky tahu a komprese nejsou tak běžné jako zkouška nerovnoměrného ohybu, protože křehkost mnoha keramik má za následek potřebu specializovaného zkušebního zařízení, rozsáhlou přípravu zkušebního vzorku a přiměřeně stejnoměrný stresový stav, který lze obtížně dosáhnout. [6]

Tah

Zařízení pro zkoušení tahu se skládá ze dvou hlavních částí, držadla zkušebního vzorku s vlastním zkušebním vzorkem a připojovacího rozhraní, které spojuje rukojeť zkušebního vzorku se zkušebním zařízením. Přílnavost by měla být navržena tak, aby se omezila jakákoli excentricita, aby se udržel jednostupňový stresový stav. Kvůli špatné obrobiteľnosti a křehkosti keramiky nelze použít hlavu se závity jako rozhraní. Zkušební vzorek s kuželovou hlavou je také obtížně obrobiteľný, aby byly dodrženy správné tolerance. Testovací vzorek s půlkulovou hlavou se objevil jako nejspolehlivější metoda rozhraní. Připojení mezi držadlem testovacího vzorku a zkušebním zařízením je obvykle jedna ze dvou konstrukcí: flexibilní, samo nastavující se nebo pevné, přizpůsobitelné. [6]

Komprese

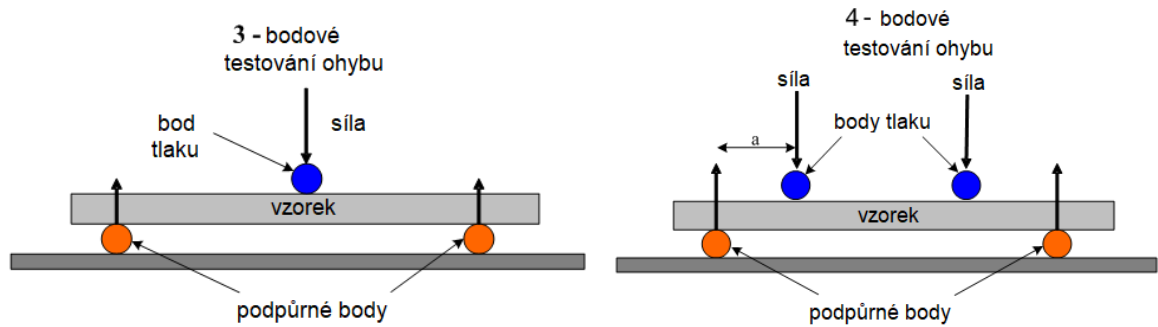
Pevnost při kompresi keramických materiálů je obvykle mnohem větší než pevnost v tahu. Proto je pevnost v tahu obvykle kritickým faktorem z hlediska konstrukce. Test komprese se obvykle skládá ze dvou zatěžovacích bloků vyvíjejících tlakovou sílu na válcový zkušební vzorek. Zkušební vzorek by měl být rovnoměrný, aby se zabránilo vybočení jednotlivých vrstev vyrovnaných s aplikovaným zatížením. Společnými zdroji chyb jsou nesoulady velikosti mezi zatěžovacím blokem a vzorkem, povrchové nepravidelnosti a excentrické zatížení. [6]

Ohyb

Zkouška při ohybu obvykle zahrnuje zatížení zkušebního vzorku o třech nebo čtyřech bodech, jak je znázorněno na obr. 3.2. Ve srovnání s testy napětí a komprese jsou ohybové testy levnější, jednodušší při sestavování a snadněji se přizpůsobují zkouškám s vyšší teplotou. Aplikovaný moment, M , poskytuje rovnici pro jednosměrné normální napětí, σ :

$$\sigma = \frac{MC}{I} \quad (3.1)$$

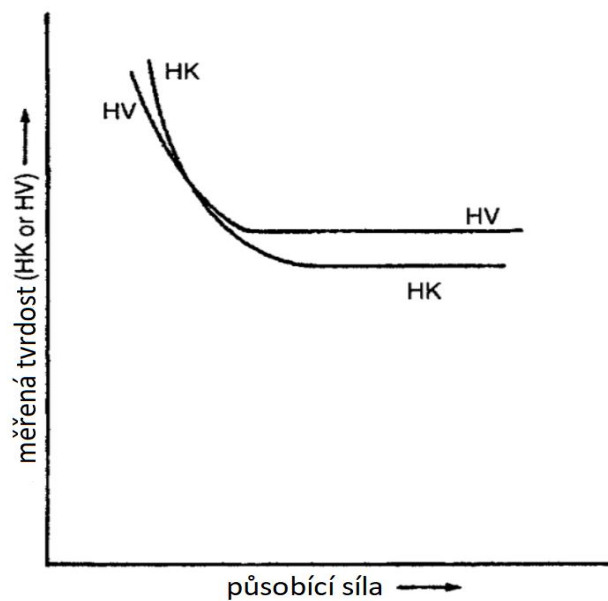
kde je moment setrvačnosti I (bh^3) / 12 (b = šířka a h – výška) a C je vzdálenost od neutrální osy k vnější ploše zkušebního vzorku. [6]



obr. 3.2: Metody testování ohybu [5]

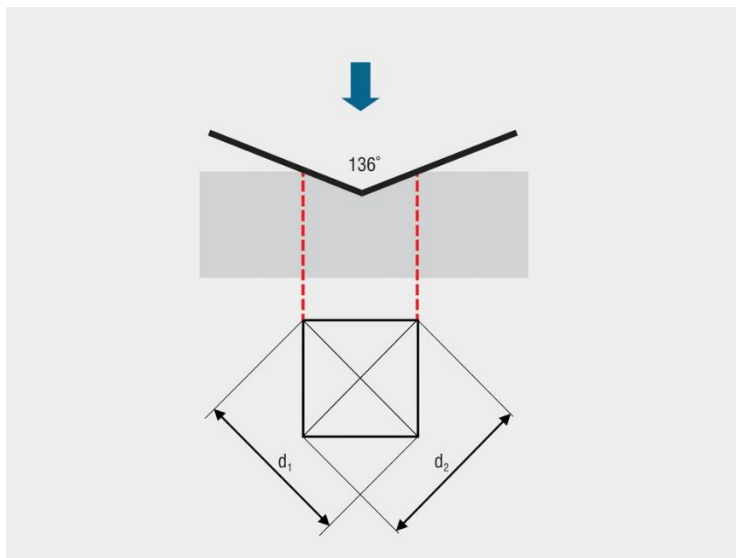
3.1.2 Tvrdost

Tvrdost je důležitá vlastnost, kterou je také nutné u keramiky testovat. Naměřená tvrdost označuje schopnost keramiky odolat deformaci pevným předmětem. Pro dosažení nejpřesnějších výsledků je třeba měřit celou křivku síly v závislosti na tvrdosti, jak je znázorněno na obrázku 3.3.



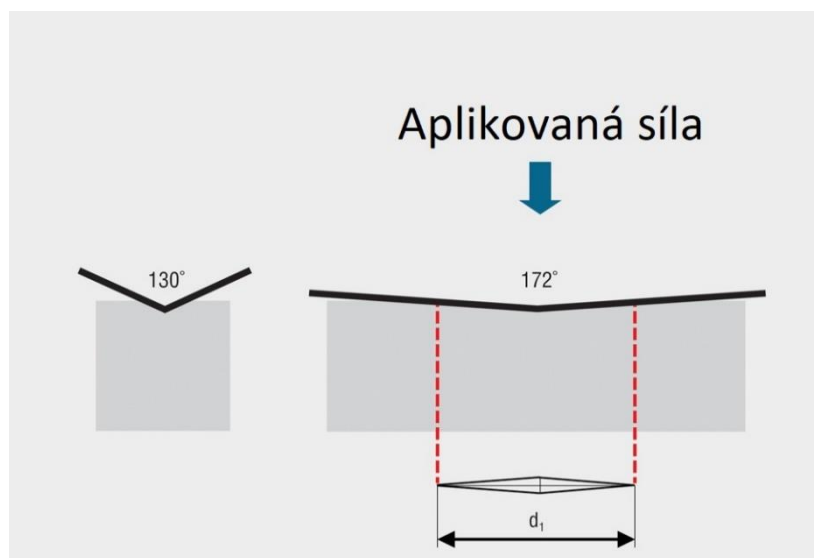
obr. 3.3: Graf závislosti tvrdosti na působící síle pro dvě různé metody [6]

V grafu vidíme dvě křivky HV a HK. Každá křivka je měřena jinou metodou měření tvrdosti. HV je měřena Vickersovou metodou ta se počítá měřením délek úhlopříček diamantové pyramidy s daným zatížením do materiálu vzorku. Velikost úhlopříček se zjišťuje opticky, aby se zjistila tvrdost pomocí tabulky nebo vzorce. Tuto metodu můžeme vidět na obrázku 3.4. [7]



obr. 3.4: Vickersova metoda [7]

HK je metoda nazývaná Knoopova a je alternativou k Vickersově v oblasti mikro tvrdosti, především slouží k předejití vzniku prasklin v křehkých materiálech (např. Keramika), ale také k usnadnění testování tenkých vrstev. Indenter je asymetrický pyramidový diamant. Velikost odrážky je založena na měření dlouhé úhlopříčky, která se čte opticky za účelem určení tvrdosti. [7]



obr. 3.5: Knoopova metoda [7]

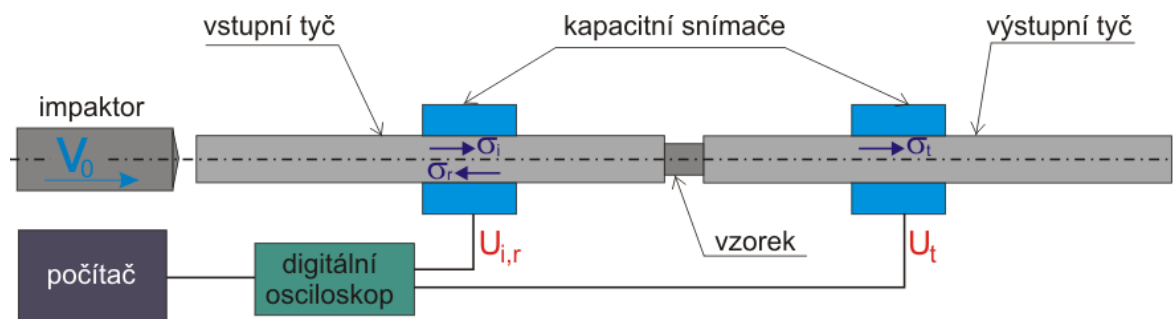
3.1.3 Odolnost proti prasklinám

Křehká povaha keramiky má za následek nízkou odolnost proti prasklinám, kvantifikovanou jako lomovou houževnatost, která je důležitým faktorem mnoha aplikací keramiky. Lomová houževnatost je měřítkem schopnosti vzorku odolat dalšímu růstu trhliny. Nízké hodnoty lomové houževnatosti zvyšují riziko katastrofického selhání keramické součástky. Kompozity z keramické matrice (CMC) mají lepší odolnost proti zlomeninám v porovnání s monolitickou keramikou, protože další výztužné prvky pomáhají snížit růst trhlin. Existují různé zkušební metody a nastavení zkoušek houževnatosti při lomu. Některé metody zahrnuté v testovacím standardu ASTM C1421 jsou metoda SEPB, metoda povrchového spárování v ohybu (SCF) a metoda CNB (vroubkované vřetenem). Metody SEPB, SCF a CNB se skládají z ohybového testu paprskem, ve kterém je do tahové strany vytvořena krátká rovná trhlina. Primární rozdíly jsou způsoby, kterými se paprsek deformuje po zavedení krátké trhliny. Všechny tři metody mají dobré kalibrační vlastnosti, ale mají i některé nevýhody. Metodou SEPB může být obtížné získat praskliny s rovnými čarami. Vytvoření trhliny v testování CNB může být obtížné v důsledku zbytkových namáhání při obrábění. Testování SCF lze provádět pouze na materiálech, které produkují vysoce kvalitní trhliny. [6]

3.1.4 Vysoké pnutí

Metoda Hopkinsonovi měrné dělené tyče (HMDT) se v minulosti používala především k měření plastických vlastností kovů. Skutečnost, že keramika je křehká a mnoho keramických sloučenin a slitin vykazuje pouze malé pnutí před prasknutím, přesnost zkoušek je menší a měření je obtížnější než u více tvárných materiálů, jako jsou kovy. Podstata testu je založena na jednorozměrné teorii šíření elastického pulsu v měřících tyčích a na interakci mezi napěťovým pulsem a vzorkem, který je umístěn mezi vstupní a výstupní tyčí. Metoda je především vhodná pro vyšší rychlosti deformace, při kterých mají důležitý vliv setrvačné síly, šíření elastických napěťových vln a mechanické rezonance. Výhodou HMDT je přímé vyhodnocení potřebných závislostí: napětí \times deformace a rychlosti deformace \times deformace. Stresové impulsy jsou měřeny tenzometry

umístěnými ve středních bodech na převodovce a doprovodných tyčích. Osciloskop zobrazuje měřené impulsy. [6]



obr. 3.6: Metoda Hopkinsonovy měrné dělené tyče [8]

3.1.5 Únava materiálu

Testování únavy je důležitým konstrukčním nástrojem pro návrháře keramických komponentů, u nichž je třeba provést spolehlivost a životnost. Únavové zkoušky pro keramiku obecně pokrývají tři situace cyklické únavy, statické únavy a dynamické únavy. Cyklická únava je periodické zatížení složky s různými poměry zatížení, které jsou obvykle označovány jako R:

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad (3.2)$$

Běžné scénáře testování stresového poměru zahrnují $R > 0$ (minimální i maximální napětí v pnutí nebo stlačení) a $R < 0$ (minimální napětí ve stlačení a maximální napětí v pnutí). Jednoduchý zatěžovací scénář by zahrnoval sinusové zatížení, které se střídalo nepřetržitě s minimálním a maximálním namáháním. V reálných příkladech však může být zatížení mnohem komplikovanější. Statické testování únavy zahrnuje pomalý růst trhliny zkušební vzorku s konstantní tahovou silou za požadovaných podmínek. Délka doby, za kterou zkušební vzorek selže a naměřené napětí se používá k získání únavových charakteristik, použitím různých únavových rovnic. Testování dynamické únavy zahrnuje aplikaci konstantního stoupajícího napětí na zkušební vzorek za požadovaných podmínek. Stresová rychlost a maximální zatížení při porušení jsou měřeny a používány ve spojení s různými únavovými rovnicemi pro určení únavových charakteristik. Testování únavy lze dále rozdělit na dvě kategorie "přímé" a "nepřímé".

Přímé metody, známé také jako metody mechaniky zlomenin, zahrnují testy s testovacími vzorky s dříve vyvolanými trhlinami a přímo pozorující růst trhlín. Nepřímé metody, známé také jako techniky měření pevnosti, zahrnují měření pevnosti zkušebního vzorku v časových intervalech a použití údajů pro odhad únavových vlastností. [6]

3.2 Teplotní testování

3.2.1 Teplotní roztažnost

Tepelná roztažnost je důležitá vlastnost, která kvantifikuje změnu objemu, kterou materiál prochází, když je vystaven změnám teploty. Typicky se materiály při zahřátí roztahují a smršťují při ochlazování. Koeficient tepelné roztažnosti α silně souvisí se silou atomových vazeb. Pro přemístění atomů z jejich rovnovážné polohy musí být do materiálu vložena energie. Keramické materiály, které mají silné iontové nebo kovalentní vazby, mají obvykle nižší koeficienty tepelné roztažnosti než kovy. Průměrná hodnota koeficientu tepelné roztažnosti je jednoduše změna délky materiálu na jednotku teploty:

$$\alpha = \frac{\Delta L}{L_0 \Delta T} \quad (3.3)$$

Porozumění tepelné roztažnosti dané keramiky je obzvláště důležité v konstrukčních aplikacích, jako jsou kompozity, které kombinují strukturně odlišné složky (vlákna, matrice apod.) z různých materiálů (keramika, kov atd.) s různými teplotními koeficienty roztažnosti. Například keramika s nízkým koeficientem roztažnosti kombinovaná s kovem s vysokým koeficientem teplotní roztažnosti může mít za následek kritické napětí pro danou změnu teploty.

Dilatometrie

Nejjednodušší metodou měření tepelné roztažnosti je dilatometrie. Testování je jednoduché a skládá se z válcového zkušebního vzorku umístěného mezi pevnou základnu a pohyblivou tlakovou tyč. Keramický zkušební vzorek se ohřívá rovnoměrnou rychlostí, který posune tlačící tyč do dané vzdálenosti, která je zaznamenána snímacím zařízením. Software snadno zaznamená data a určí teplotní závislost teplotního koeficientu roztažnosti a jeho průběh. Dilatometry mohou být jednorázové nebo dvojité tlačné

tyče. Jednoduchá metoda tlačící tyče zahrnuje nejprve kalibraci zkušebního zařízení z hlediska změny délky oproti snímači teploty se zkušebním vzorkem, který má známý teplotní koeficient roztažnosti. Dále je keramický zkušební vzorek testován ve srovnání s dříve měřenou normou pro stanovení jeho teplotního koeficientu roztažnosti. Kalibrace zkušebního přístroje se standardním referenčním vzorkem může zabránit problémům jako je expanze materiálu dilatometru, tepelné gradienty a nelinearity v ohřevu. Konstrukce dvojité tlačné tyče testuje keramický zkušební vzorek a standardní referenční materiál vedle sebe. Údaje o tepelné roztažnosti se pak kalibrují porovnáním se standardním referenčním materiálem se známou hodnotou teplotního koeficientu roztažnosti. [16]



obr. 3.7: Dilatometr [9]

3.2.2 Tepelná vodivost

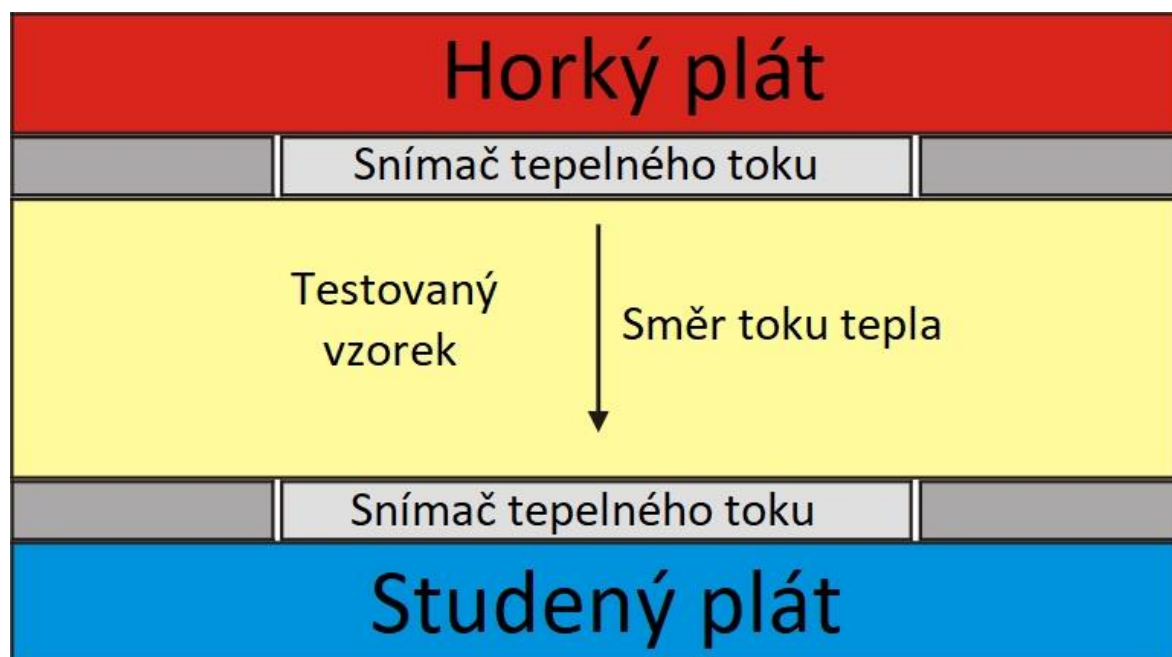
Tepelná vodivost je měřítkem rychlosti přenosu tepla v daném materiálu vedením. Průtok tepla skrze materiál je úměrný vyhřívané oblasti materiálu a teplotnímu gradientu přes vzorek. Tato proporcionalita poskytuje koeficient tepelné vodivosti K , který je uveden v následující rovnici:

$$\frac{dQ}{dt} = -kA \frac{dT}{dx} \quad (3.4)$$

Záporné znaménko na pravé straně indikuje, že teplo proudí z vyšší teploty na nižší teplotu. Rychlost toku tepla je dQ/dt , A je průřezová plocha materiálu a dT/dx je teplotní gradient. Tepelná vodivost je důležitým aspektem materiálů pro mikroelektronické substráty a elektronické obalové materiály. Vývoj obvodů s vyšší hustotou vede ke stále větším problémům s odvodem tepla. [6]

Hot Plate technika

Technika hot plate je srovnávací metoda, která měří tepelnou vodivost termočlánků aplikovaných na válcovitý keramický zkušební vzorek, vložený mezi dvě válcové části referenčního materiálu o stejném průměru a se známou tepelnou vodivostí.

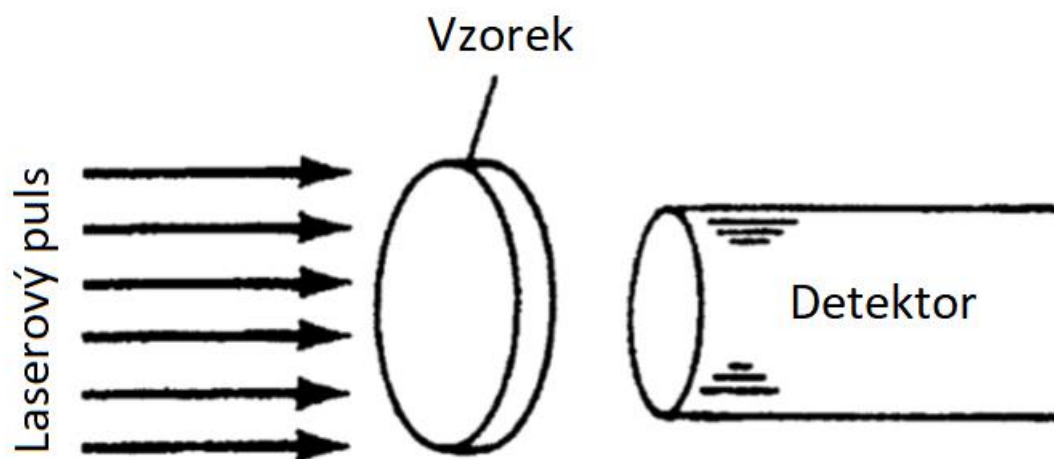


obr. 3.8: Princip fungování Hot Plate techniky [10]

Tepelně vodivá pasta se aplikuje na spojovací plochy, aby se zajistil přiměřený přenos tepla mezi materiály. Použití referenčního materiálu s tepelnou vodivostí podobnou jako u keramického zkušební vzorku přináší nejlepší výsledky. Pomocí tepelné vodivosti referenčního materiálu a naměřených teplotních gradientů ve dvou válcích zkušebních vzorků může být tepelný tok skrz celý zásobník vypočítán pomocí předem dané tepelné roztažnosti. Tyto dva nezávislé výpočty tepelného toku skrz zásobník se pak zprůměrují a průměr se použije jako hodnota tepelného toku pro keramický zkušební vzorek. Koeficient tepelné vodivosti, K , lze pak stanovit, protože průměrný tok tepla skrze oblast válce zkušební vzorku a naměřený teplotní gradient podél délky keramického zkušební vzorku jsou již známy. [15]

Metoda laserového záblesku

Další metodou pro určení tepelné vodivosti je metoda laserového záblesku, která zahrnuje rychlé zahřátí tenkého keramického vzorku na jedné straně rychlým tepelným impulsem z laseru a poté měřením hodnot teploty v průběhu času na zadní straně vzorku. Keramický zkušební vzorek má tvar tenkého kotouče a při konstantní teplotě T působí laserový záblesk na čelní plochu tepelným pulsem. Předpokladem je, že tepelná energie je rovnoměrně rozprostřena na přední plochu zkušební vzorku a teplo se pohybuje podél tloušťky vzorku pouze na zadní ploše a že puls zahřívá pouze vzorek. Výhodou metody laserového záblesku je to, že kromě jednoduchého testování může být použita i v širokém rozmezí teplotních vodivostí a teplot keramických vzorků. [6]



obr. 3.9: Princip metody laserového záblesku [6]

3.2.3 Tepelná kapacita

Tepelná kapacita je vlastnost, která se vztahuje k množství energie, která musí být přidána nebo odebrána z materiálu, aby se zvýšila nebo snížila jeho teplota. Množství energie potřebné ke zvýšení teploty materiálu o stupeň se liší materiál od materiálu na základě jeho vlastností. Specifické teplo při konstantním tlaku je nejběžnější vyjádření tepelné kapacity materiálu a je definováno jako množství tepla potřebné ke zvýšení teploty jednoho gramu látky o jeden kelvin při konstantním tlaku. [6]

Kalorimetrie

Pro určení tepelné kapacity keramického materiálu lze použít kalorimetrii. Specifické množství zkušební vzorku materiálu se zahřeje na počáteční teplotu v peci a potom se nalije do kalorimetru s nižší teplotou. Kalorimetr měří tepelnou energii, kterou vzorek odebírá při ochlazování na rovnovážnou teplotu mezi teplotou vzorku a kalorimetrem. Měření entalpie H při různých teplotách poskytuje graf $H(T)$ na T . V důsledku toho lze z těchto dat vypočítat specifické teplo. Výhodou kalorimetrie je, že můžeme vypočítat specifické teploty v širokém teplotním rozmezí. Nevýhodou však je, že metoda je necitlivá na přechody s malými změnami entalpie. [6]

Diferenční skenovací kalorimetrie

Diferenční skenovací kalorimetrie je nejpoužívanější metodou měření specifického tepla keramiky. Tento typ kalorimetru měří průtok tepla do keramického zkušební vzorku, zatímco je ohříván při dané konstantní rychlosti. Počítač sleduje teplotu zkušební vzorku a provádí úpravy, aby teplota keramického zkušební vzorku stoupala konstantní rychlostí. V důsledku toho může být specifická teplota keramického zkušební vzorku známé hmotnosti m vypočtena z následující rovnice:

$$\frac{dH(T)}{dt} = mc_p(T) \frac{dT}{dt} \quad (3.5)$$

Tato metoda se běžně používá a existují různé komerční diferenční skenovací kalorimetry. Jedním z hlavních nedostatků této techniky je to, že komerční nastavení lze použít pouze do teploty asi 800 °C. Chyby při zkouškách vyplývající z tepelného odporu mezi zkušebním vzorkem a zařízením pro snímání tepla a jinými zdroji vyžadují při testování použití srovnávacího procesu. Jiný materiál se známou tepelnou kapacitou se testuje za stejných podmínek. Zaznamená se jakýkoli rozdíl a začleňuje se do vyhodnocení chyb zkoumaného keramického zkušební vzorku. [6]

3.3 Nedestruktivní testy

Pro vyhodnocování kovů a jiných materiálů se běžně používají mnohé metody zkoušení nedestruktivním způsobem. Použití těchto postupů na keramiku však vždy neposkytuje správné výsledky kvůli jedinečné povaze keramiky, která brání mnoha typickým zkušebním technikám. Rostoucí používání pokročilých keramických materiálů v kritických aplikacích spolu s vlastnostmi, které je činí citlivými na poměrně malé vady, zvyšuje potřebu definovat metody testování přímo použitelné pro keramiku. Pokročilá keramika je typicky křehká. Poruchy tak malé jako jsou 10 μm mohou být kriticky škodlivé a je třeba se jim vyhnout. Lze jim zabránit pečlivým řízením procesu výroby keramických materiálů z jemných prášků nebo pečlivou prohlídkou hotových keramických dílů. [6]

3.3.1 Ultrasonografie

Ultrazvukové testování je běžnou nedestruktivní technikou testování, která dokáže identifikovat a popsat nedostatky a stav materiálu, které jiné metody nemohou dělat. Ultrazvukové vlny se šíří přes materiál a vlny jsou narušeny při nespojitostech v materiálu, jako jsou vady, dutiny nebo praskliny. Vlny jsou rozptýleny nebo částečně odraženy na těchto nespojitostech a podle toho se odhalí umístění, velikost a tvar. Ultrazvuková metoda ne vždy odhaluje vše o vadách uvnitř materiálu, ale je stále neocenitelným nástrojem. Faktory, které snižují úspěšnost detekce jsou vysoké ultrazvukové rychlosti a menší kritická velikost defektu, která musí být detekována. K detekci a charakterizaci malých vad musí být zařízení upraveno tak, aby se zvýšila frekvence ultrazvukových vln. Pro zjištění závady je zapotřebí ultrazvuková vlna s vlnovou délkou podobnou velikosti defektu. Proto s keramickým materiálem, kde kritická vada může mít velmi malou hodnotu jako je 10 μm je zapotřebí vlnová délka přibližně stejné velikosti. Tudíž je potřeba velmi vysoká frekvence na základě frekvenční rovnice:

$$f = \frac{v}{\lambda} \quad (3.6)$$

kde λ je vlnová délka a v je rychlost podélné vlny. Důležitou vlastností, která má být zjištěna v keramickém materiálu, je jeho objemová pórovitost. Ultrazvukové testování může odhalit objemovou pórovitost materiálu, i když velikost jednotlivých pórů je mnohem menší než vyšetřující vlnová délka. Pórovitost může být charakterizována

měřením ultrazvukové rychlosti a útlumu. Měření ultrazvukové rychlosti obvykle vyžaduje použití snímače na povrchu keramického vzorku s rovnoběžnými čelními plochami a známou tloušťkou. Doba akustického impulzu se měří pomocí snímače v režimu pulsního echa. Ultrazvuková rychlost v je dána rovnicí:

$$v = \frac{2d}{t} \quad (3.7)$$

kde d je tloušťka zkušební vzorku a t je čas impulzu. Bylo zjištěno, že mezi ultrazvukovou rychlostí a pórovitostí existuje lineární vztah. Jakmile je naměřena rychlost ultrazvuku, mohou být pomocí ultrazvukových C-snímků zobrazeny změny pórovitosti ve vzorku. Útlum ultrazvuku je proces, při kterém ultrazvukový paprsek, když se šíří přes zkušební vzorek, ztrácí energii. Hranice zrna, póry, dutiny a další vnitřní vady způsobují rozptýlení vln, což vede k nižší energii. [6]

3.3.2 Radiografie

Radiografie používá radiaci k charakterizaci struktury materiálu zkoumáním interakce mezi elektromagnetickou vlnou a samotným materiálem. Detekce dutin, trhlin, pórů a dalších defektů je primárním cílem této techniky. Detekce těchto defektů je důsledkem útlumu a rozptýlení záření, které prochází materiálem. Mohou být použity různé zdroje záření, ale bylo zjištěno, že nejspolehlivějším zdrojem je rentgenové záření. Existují dvě běžné metody pro použití rentgenových zdrojů k objevení nespojitostí a defektů ve struktuře materiálu. Jednou z metod je vytvoření dvourozměrného obrazu zkušební vzorku nebo součásti, kde změna intenzity obrazu indikuje stupeň útlumu tím pádem vadu. Dalším přístupem je použití mnoha útlumových obrazů "řezů" a algoritmus pro vytvoření trojrozměrného obrazu. Techniky rentgenové mikroradiografie používají odlišný paprsek rentgenového záření k vytvoření dvojrozměrného obrazu zkoumaného testovaného vzorku nebo komponenty. Když zjišťujeme mikroskopické vady v keramice je zapotřebí vysoký kontrast a jas rentgenů. Jeden z běžných způsobů aplikace rentgenové mikroradiografie je použití kontaktní metody, při níž se zkušební vzorek nebo zkoumaná součástka dotýká zobrazovacího média, což vede k obrazu s vysokým rozlišením. Další metoda používá rentgenové zdroje, které jsou typicky menší než 100 μm , což umožňuje přímé zvětšení složky nebo obraz zkušební vzorku. Schopnost těchto metod detekovat závady závisí na stupni kontrastu a rozlišení, které se na snímku získáme. Jednou nevýhodou této dvourozměrné techniky je

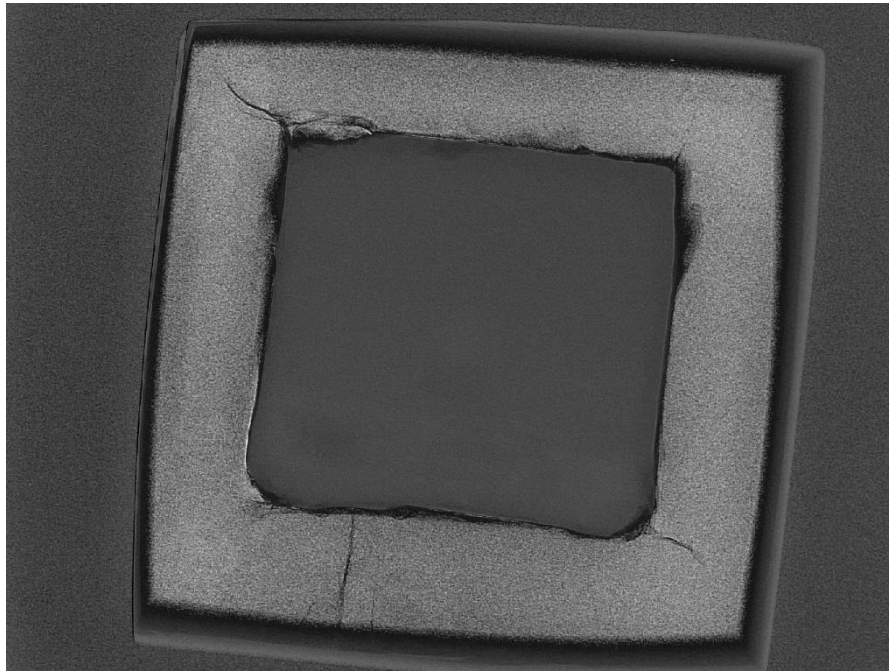
to, že praskliny a jiné lineární defekty orientované příčně ke směru paprsku budou mnohem obtížněji zjistitelné. Rentgenová počítačová tomografie využívá mnoho dvojrozměrných obrazů rentgenového útlu pro vytvoření trojrozměrného znázornění vyšetřovaného objektu. To je obzvláště užitečné, když se snažíme zjistit chyby a nespojitosti v komplexní trojrozměrné struktuře. Používá se především jako výzkumný nástroj a některé z hlavních nevýhod této techniky jsou její vysoké náklady a složitost. [13]

Provedl jsem zkušební test na jednom vzorku na rentgenu ve společnosti Sanmina-SCI, který zde používají pro kontrolu desek plošných spojů. Bylo potřeba zjistit, jestli rentgen má dostatečný jas, kontrast a rozlišení, aby byly vidět nějaké vady v jednoduté struktuře keramiky vzhled i jejich velikosti. Zjistil jsem, že také záleží na nastaveném výkonu rentgenu a natočení vzorku keramiky. Přesto, že rentgen je 3D při otáčení vzorku dochází k rozmazání a zkreslení obrazu. Použitý rentgen byl od výrobce Nordson DAGE a model XD7600NT Ruby FP. Maximální výkon rentgenu je 160 kV a až 10 W. [14] Rentgen je na obrázku obr. 3.10.

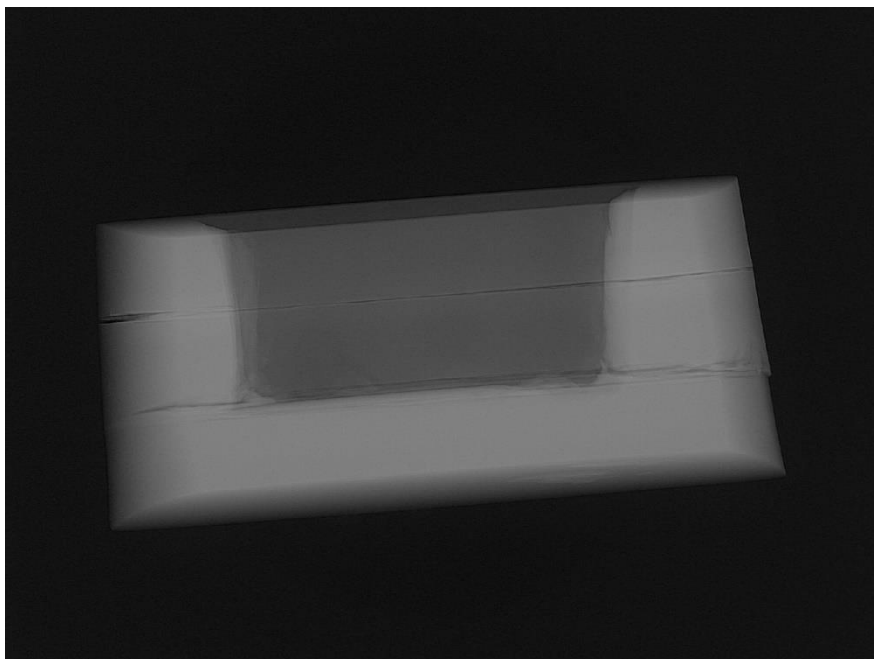


obr. 3.10: Rentgen XD7600NT Ruby FP [11]

Na fotce testovaného vzorku můžeme vidět praskliny v rozích a jednu podélnou prasklinu skrz strukturu na obrázku obr. 3.11. Na fotce z boku jsou vidět jednotlivé vrstvy viz. obrázek obr. 3.12. Můžeme zde pozorovat neúplné sesintrování těchto vrstev. Tento vzorek jsme úmyslně vytvořili s vadami abychom byli schopni otestovat, zda je rentgen dostačující pro detekci těchto defektů a zda je schopen je vůbec ve struktuře rozlišit a zobrazit.



obr. 3.11: Fotka vzorku z rentgenu č.1



obr. 3.12: Fotka vzorku z rentgenu č.2

3.4 Testování elektrických vlastností

Keramické materiály mají důležité funkce v různých elektrických a elektronických aplikacích. Keramika s jedinečnými vlastnostmi poskytuje kapacitní, izolační, vodivé, odporové a další funkce v elektronických obvodech. Příkladem významné role keramiky v elektronice je použití pokročilé keramiky, jako je oxid hlinitý (Al_2O_3) jako substrátový materiál v elektronických pouzdrech. Zvýšení hustoty obvodů následně vedlo k přísnějším požadavkům na substrátové materiály. Je požadován substrát, který má charakteristiky tepelné roztažnosti, velmi podobné jako křemík, aby se zabránilo kritickým tepelným namáháním. Pro zlepšení zpracování signálu je zapotřebí také nízká dielektrická konstanta. Kromě toho je tepelná vodivost vysokou prioritou pro odvádění tepla z obvodu s vysokou hustotou.

3.4.1 Elektrická odolnost při zvýšených teplotách

Důležitým aspektem využití keramiky v elektronických aplikacích je změna elektrického odporu při stoupající teplotě. S trendem obvodů s vyšší a vyšší hustotou je velmi důležité charakterizovat vlastnosti substrátu a jiných složek čipu při zvýšených teplotách. Měření elektrického odporu při vysoké teplotě zahrnuje aplikaci napětí přes zkušební vzorek umístěný v topné peci. Keramický zkušební vzorek se umístí mezi elektrody v peci, které zahřejí zkušební vzorek na požadovanou teplotu. Na zkušební vzorek se na jednu minutu aplikuje napětí 500 V DC a měří se objemový odpor. Proces se opakuje při různých teplotách, dokud není dosažena maximální zkušební teplota. Objemový odpor, p , se pak vypočítá z následující rovnice:

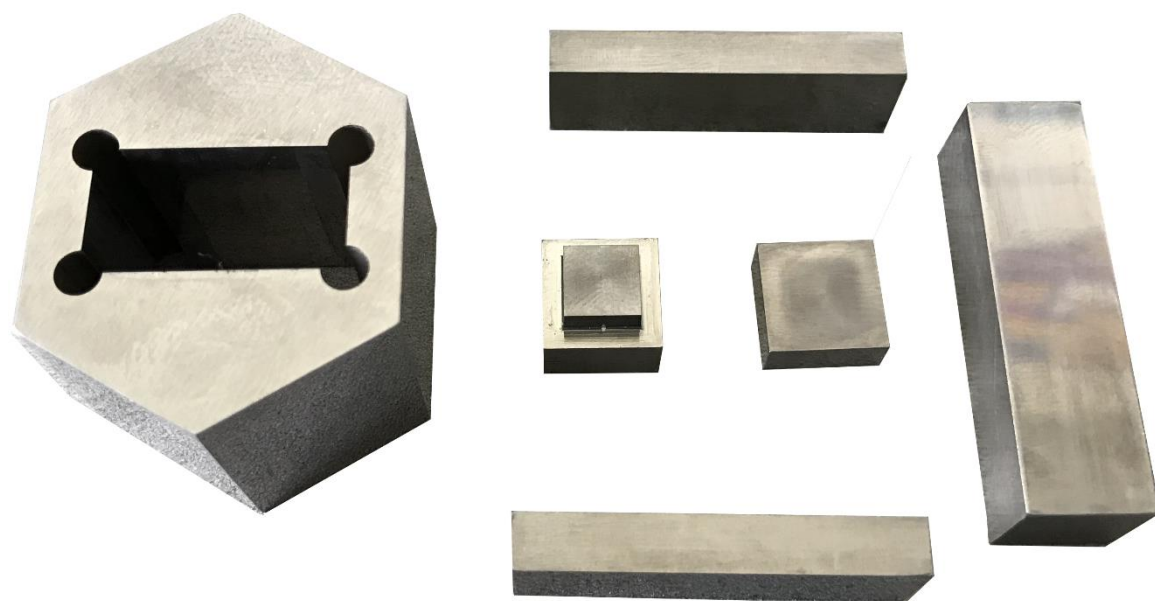
$$p = \frac{A}{h} R_v \quad (3.8)$$

Kde R_v je měrný elektrický odpor, A je plocha elektrody a h je průměrná tloušťka keramického vzorku v oblasti pokryté elektrodou. Další informace jsou uvedeny v normě ASTM D1829-90, "Elektrická odolnost keramických materiálů při zvýšených teplotách". [6]

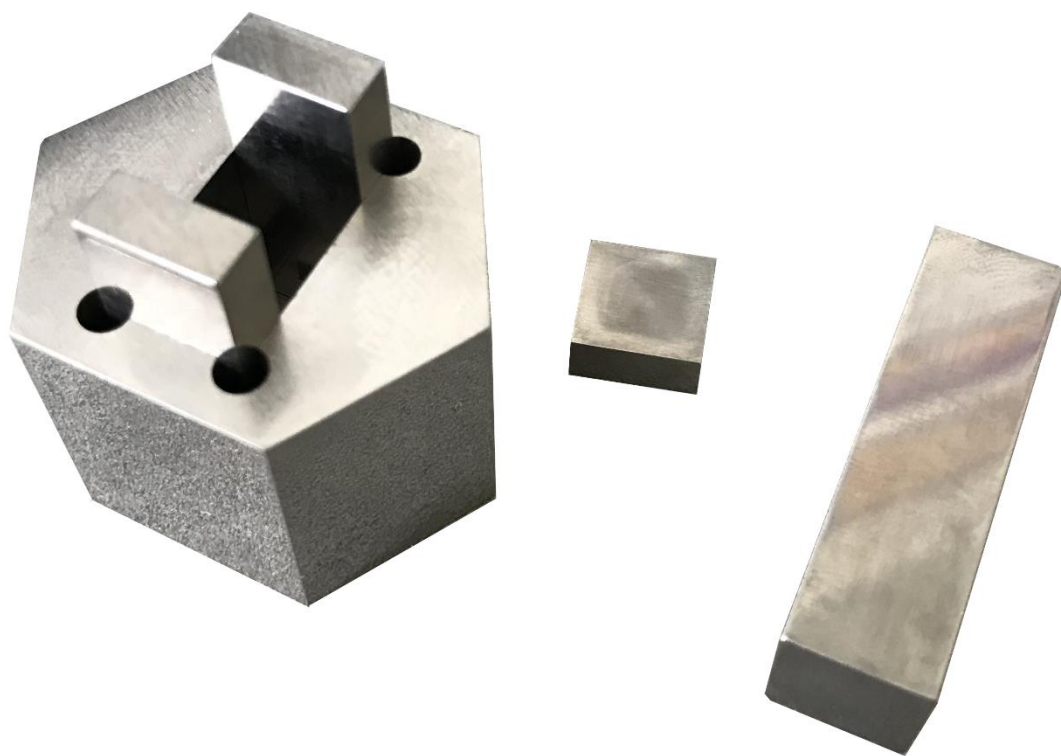
4 Optimalizace výroby a testování pouzder

4.1 Lisování pouzder

Výroba pouzder byla prováděna v laboratoři ve škole na hydraulickém lisu. Jedná se o hydraulický lis od výrobce Trystom a model H-62. Tento model je schopen dosáhnout maximálního tlaku 80 kN. Pro vy lisování byl zvolen 1 gram materiálu GRANALOX 9620 F a tlak 70 kN. Toto množství a tlak bylo zvoleno v důsledku optimální velikosti a tloušťky vy lisovaného pouzdra. Při použití menšího množství by vytvořené pouzdro mělo příliš tenké stěny a bylo by křehké. Naopak při použití většího množství by mělo pouzdro příliš široké stěny a mohl by nastat problém z testování mechanických vlastností, jelikož by byly potřeba příliš vysoké tlaky, kterých by nebylo možné na dostupných přístrojích na testování dosáhnout. Pro definování tvaru pouzdra byla použita forma z chrom-molybden-vanadové nástrojové oceli pro práci za studena. Jak můžeme vidět na následujícím obrázku forma se skládá ze šesti částí viz. obr. 4.1. Do hlavního těla se vkládají dva tenké kvádry, které tvoří stěny pouzdra a poté dno, které formuje hlavní tvar pouzdra viz. obr. 4.2. Takto složená forma se poté může naplnit požadovaným množstvím materiálu. Po naplnění se vkládá čtverec, který utěsní formu a tvoří poslední stěnu pouzdra. Poté se vkládá velký kvádr, skrz který se na pouzdro vytváří požadovaný tlak viz. obr. 4.3.



obr. 4.1 Rozložená forma

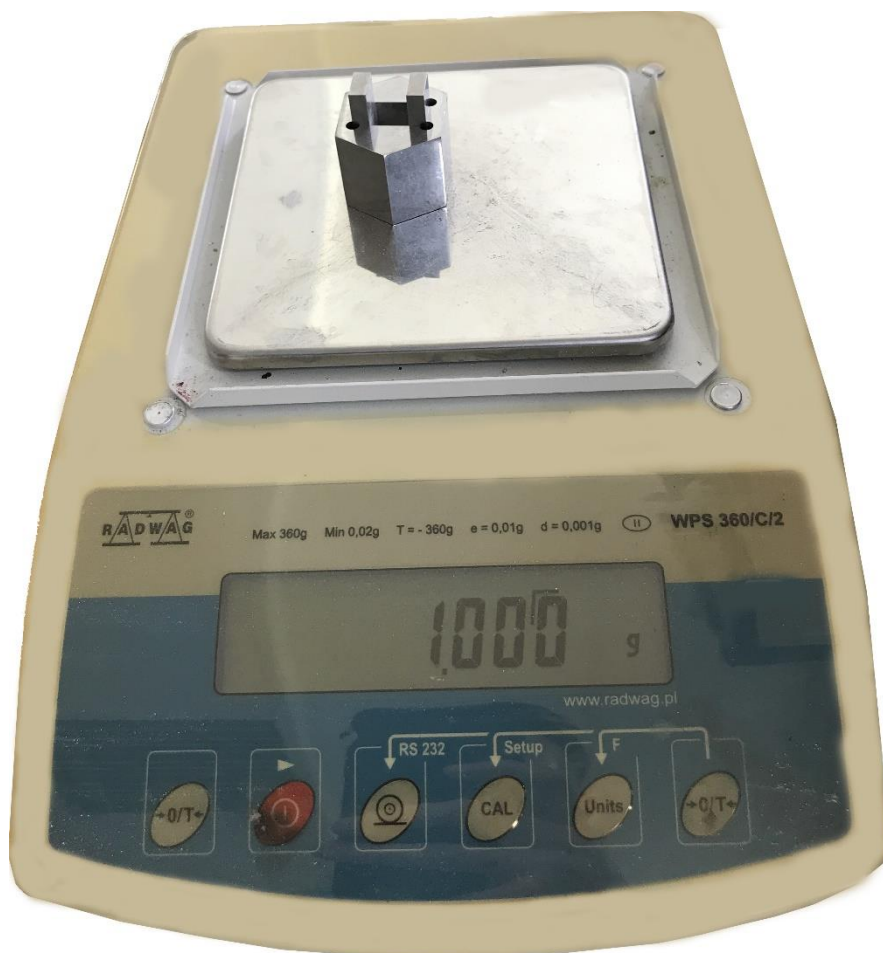


obr. 4.2 Složená forma připravená na naplnění



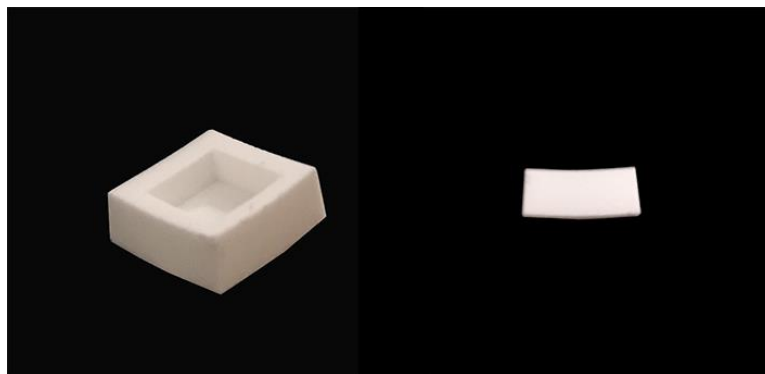
obr. 4.3 Naplněná forma

Do této formy byl umístěn 1 gram materiálu, toto množství bylo ověřováno pomocí laboratorní váhy Radwag model WPS 360/C2 a poté bylo pouzdro vylisováno při již výše uvedeném tlaku.



obr. 4.4 Váha s naplněnou formou

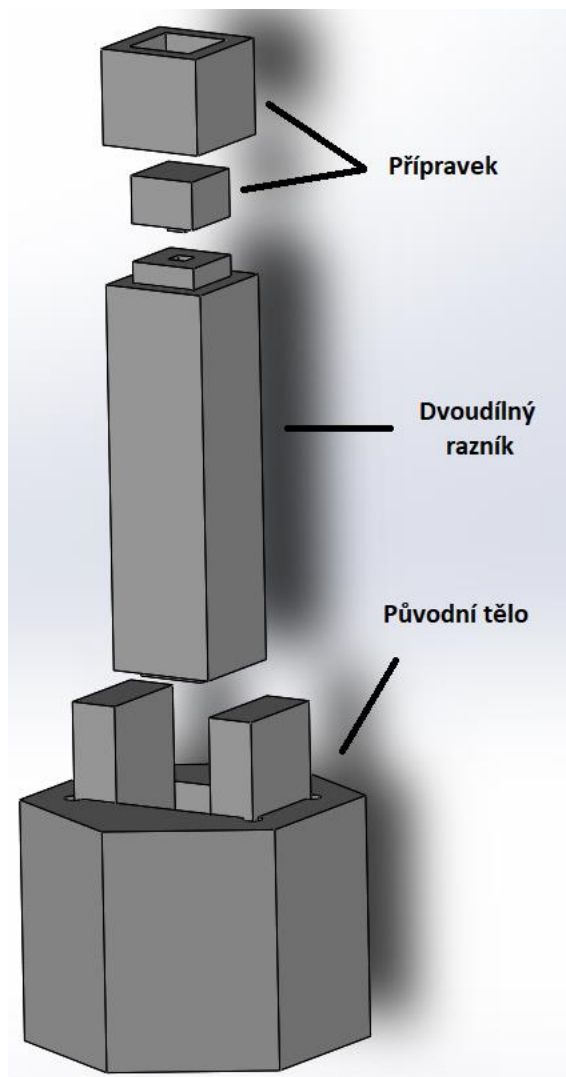
Původní tvar pouzdra nemohl být použit, protože docházelo k nerovnoměrnému slisování základny a stěn. Pouzdra, která byla takto vyrobena se při výpalu v peci zkroutila a nemohla by být použita pro testování mechanických vlastností, aniž by se dalo vyloučit ovlivnění výsledků testů v důsledku této deformace. Místo toho bylo zvoleno vylisování pouze základny pouzdra bez stěn. Jedná se o čtverec keramiky o rozměrech 1x1 cm a tloušťce 0,26 cm. Tyto vzorky byly po výpalu nezdeformované a vhodné k posuzování mechanických a elektrických vlastností. Tento postup mohl být zvolen, protože jde pouze o vlastnosti samotné keramiky při změně vypalovacího profilu, a ne o pouzdro jako celek.



obr. 4.5 Zdeformovaná pouzdra

4.2 Návrh nové formy

V důsledku nevhodného návrhu formy, která byla použita, docházelo při lisování k nerovnoměrnému rozložení tlaku a výsledného zkroucení pouzder po vypálení. Tomuto jevu by se dalo předejít, pokud by tlak působící na stěny a základnu pouzdra byl stejný. Z tohoto důvodu byla navržena nová forma, kde by tento jev měl být eliminován. Tento nový návrh využívá velkou část komponent původní formy, tudíž by nebylo třeba vyrábět celou formu znovu. Zachováno zůstalo původní tělo formy s úzkými kvádry, které tvoří stěny a čtverci, které jsou použity jako základna pouzdra. Nahrazen byl pouze razník, který je nyní dvoudílný a jeho součástí je nyní přípravek, který zajistí rovnoměrné slisování bočních stěn. Celá forma viz. obr. 4.6.



obr. 4.6 Nová forma

4.2.1 Popis funkce

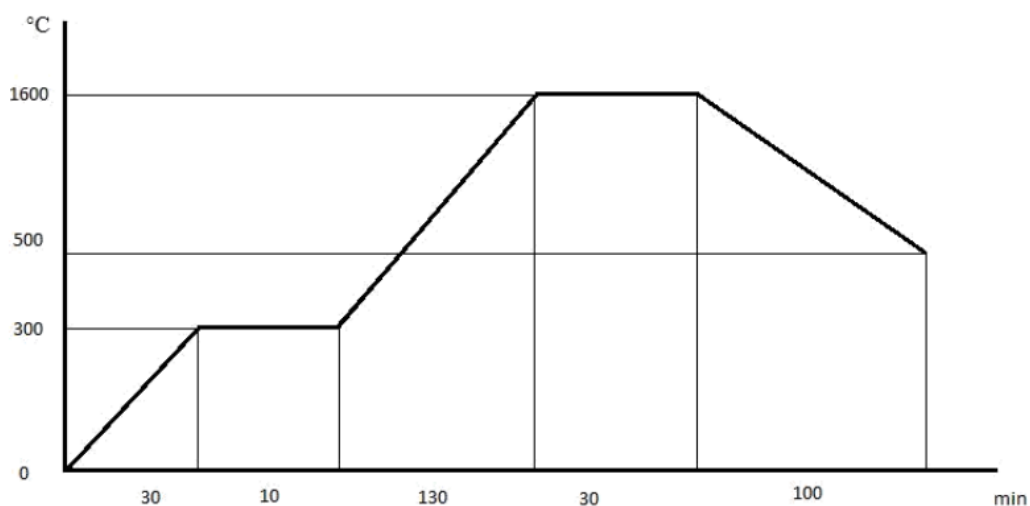
Postup zůstává víceméně stejný jako u předešlé formy. Nejprve se forma naplní požadovaným množstvím keramického prášku. Poté se vloží do formy nový dvoudílný razník. Takto připravená forma se nyní může vložit do lisu a vylisovat při požadovaném tlaku. Takto vylisované pouzdro však trpí stejnou vadou jako pouzdra z původní formy. Proto je zde přípravek, který se po vylisování nasadí na razník a forma se opět vloží do lisu a lisuje se při stejném tlaku jako byl zvolen při lisování bez přípravku. S nasazeným přípravkem na razník lis působí silou pouze na stěny pouzdra a tím se zajistí, že budou slisovány stejným tlakem jako základna. Nevýhodou této metody je, že každé pouzdro musí být lisováno na dvakrát. Z časových důvodů však tato forma nestihla být vyrobena, takže nemohlo být ověřeno, zda dojde k předpokládaným výsledkům a pouzdra budou správně slisována. Jedná se tedy pouze o návrh.

4.3 Sintrování pouzder

Sintrace pouzder probíhala v peci ST-1700MX, která je dostupná v laboratoři ve škole. Tuto pec jsi můžeme prohlédnout na obr. 4.7. Na jednu várku vzorků byl použit profil výrobce, který je uvedený v kapitole 1.2.1 konkrétně na obr. 1.2. Druhá várka byla vypálena za použití zkráceného profilu. Tento zkrácený profil byl převzat z datasheetu pece a jedná se o univerzální profil pro keramiku. Tento profil zůstal zachován kromě řízené části chlazení, která byla nahrazena příkazem vypnutí pece a samovolným ochlazením. Hlavní důvodem výpalu dvou typů vzorků byla možnost porovnání těchto profilů mezi sebou, konkrétně jejich mechanických a elektrických vlastností. Profil výrobce je totiž určen pro sériovou výrobu a velké množství pouzder, a tudíž pro malé počty a kusovou výrobu není výhodný. Při shodě ve vlastnostech nebo minimálním rozdílu mezi nimi by byl optimalizovaný profil pro aplikaci v této malé peci výhodnější.



obr. 4.7 Pec ST-1700MX [18]



obr. 4.8 Optimalizovaný profil

4.4 Mechanické testování

Mechanické testy byly prováděny ve spolupráci s firmou TDK Czech s.r.o., která sídlí ve městě Šumperk. Umožnili přístup k přístroji na testování síly potřebné k rozlomení vzorku a jeho maximální prohnutí při lomu. Tato zkouška se nazývá třibodový test ohybu. Jednalo se o přístroj od firmy Shimadzu a model AGS-X. Přístroj viz. obr. 4.9. Pouzdra byla umístěna do jednoduchého přípravku na uchycení vzorků a byla umístěna do přístroje. Po spuštění a provedení testu se výsledky ukládali do protokolu o měření v PC. Všechny protokoly o měření viz. přílohy **Protokol 1** a další.



obr. 4.9 Shimadzu AGS-X [17]

4.4.1 Výsledky měření

Výsledky jsou přehledně zpracovány v tabulce *Tabulka 1'* se základními statistickými údaji jako je rozsah, průměr a směrodatná odchylka. Pouzdra, která byla vypékána podle optimalizovaného profilu, vydrží větší působící sílu předtím, než prasknou. Pravděpodobně je to způsobeno tím, že mají menší tvrdost oproti pouzdrům vypálených podle profilu výrobce. Pouzdra, která jsou tvrdší tak jsou více křehká a tím pádem dříve prasknou. Tato vlastnost nemusí být negativní, záleží na cílové aplikaci, kde by byla použita. Tam kde je vyžadována větší odolnost v ohybu, byla by lepší pouzdra, vypálená podle profilu optimalizovaného. Naopak, kde je kladen důraz na větší tvrdost pouzdra, bylo by lepší využít profil od výrobce.

	Profil	
	Optimalizovaný	Výrobce
Vzorek	Síla F [N]	Síla F [N]
1.	2242,06	1339,87
2.	1547,99	1843,82
3.	814,018	883,763
4.	2168,89	1194,91
5.	1992,46	1112,61
6.	1446,23	2029,08
7.	1529,76	1251,22
8.	1287,5	1561,41
Průměr	1628,61	1402,09
Odchylka	482,56	384,64
Rozsah	1428,04	1145,32

Tabulka 1: Mechanické testování

4.4.2 Porovnání se substrátem kupovaným

Dále proběhlo měření síly potřebné k rozlomení substrátu z devadesáti šesti procenty Al_2O_3 , který byl nakoupený. Délka a hloubka vzorků se navzájem shodovala a byla 1x1 cm. Tloušťka toho to vzorku byla však 1 mm v porovnání s 2,6 mm u vzorků vyrobených. Aby mohli být vlastnosti těchto substrátů porovnány musí být působící síla v newtonech přepočtena na sílu působící na plochu při třibodovém testu ohybu, která vychází v MPa. V následující tabulce můžeme vidět zpracované výsledky měření z přístroje ,*Tabulka 2*.

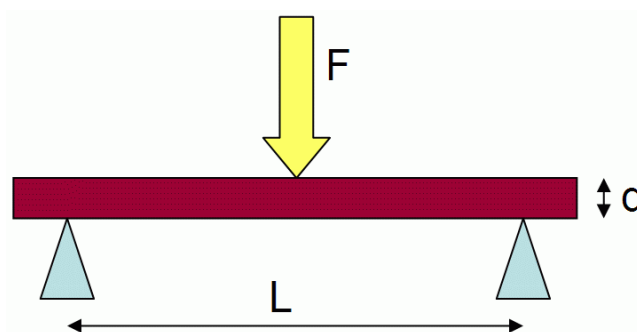
	Al_2O_3 96 %
	1 mm
Vzorek	Síla F [N]
1.	120,245
2.	106,077
3.	165,928
4.	100,302
5.	127,943
Průměr	124,10
Odchylka	25,84
Rozsah	65,63

Tabulka 2: Substrát 1 mm

Pro přepočet byl použit následující vzorec, který je určen přímo pro tříbodovou metodu testu ohybu.

$$\sigma = \frac{3FL}{2bd^2} \quad (4.1) [19]$$

Kde F je síla působící při rozlomení. Tento údaj jsme získali z přístroje při měření. L je mezera mezi podpěrami na kterých je vzorek umístěn, b je šířka vzorku a d je tloušťka testovaného vzorku.



obr. 4.10 Tříbodová metoda ohybu [19]

U vyrobených pouzder byla mezera L 5 mm u nakoupeného substrátu musel být použit jiný přípravek, tudíž bude počítáno s mezerou 6 mm. Po dosazení do vzorce vyšly tlaky následovně viz. *Tabulka 3*.

	Druh		
	Optimalizovaný	Výrobce	1 mm
Vzorek	Tlak σ [MPa]	Tlak σ [MPa]	Tlak σ [MPa]
1.	248,75	148,65	108,22
2.	171,74	204,57	95,47
3.	90,31	98,05	149,34
4.	240,63	132,57	90,27
5.	221,06	123,44	115,15
6.	160,45	225,11	
7.	169,72	138,82	
8.	142,84	173,23	
Průměr	180,69	155,56	111,69
Odchylka	53,54	42,67	23,26
Rozsah	158,44	127,06	59,07

Tabulka 3: Přepočet na tlak

Vzorků substrátu 1 mm bylo k dispozici pouze 5 kusů. Jak můžeme vidět, použitý substrát s tloušťkou 1 mm měl tlaky výrazně menší než oba testované vlastní výroby. Při tom by měl dosahovat teoreticky stejných nebo alespoň podobných hodnot. Tento

rozdíl v měření může být způsoben například použitím jiného přípravku na uchycení nebo chybou měřicího přístroje, který měl problémy s měřením takto tenkého vzorku. Podle tabulkových hodnot by tlak v ohybu u 96 % korundové keramiky měl být cca 345 MPa [20]. Tato hodnota je výrazně vyšší než u všech testovaných vzorků. Nemůže však být brána v potaz, protože v tabulkách není uvedena metoda testování ohybu. Při jiném typu testování, jiném uchycení a jiném tvaru vzorku mohou být naměřené hodnoty rozdílné, tudíž ji nelze přímo porovnat.

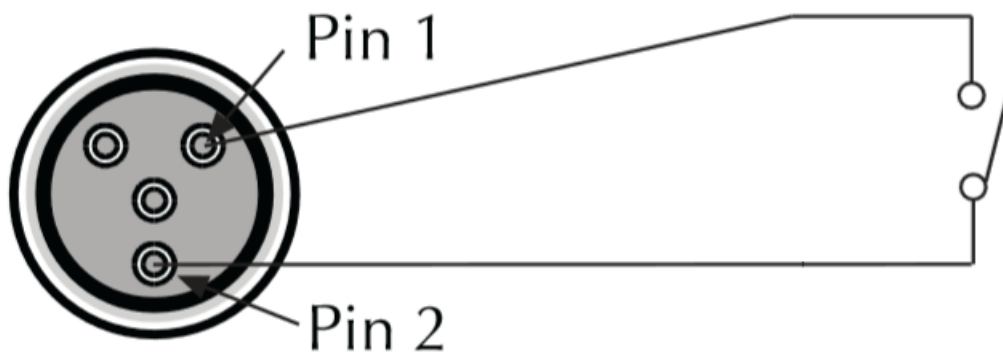
4.5 Elektrické testování

Elektrické testy byly prováděny ve škole. Byl změřen a porovnán povrchový odpor jednotlivých vzorků. Měření bylo prováděno pomocí pikoampérmetru Keithley 6487. Jeho maximální napětí lze nastavit na 505 V a minimální proudový rozsah je 2 nA detaily v datasheetu.[21]



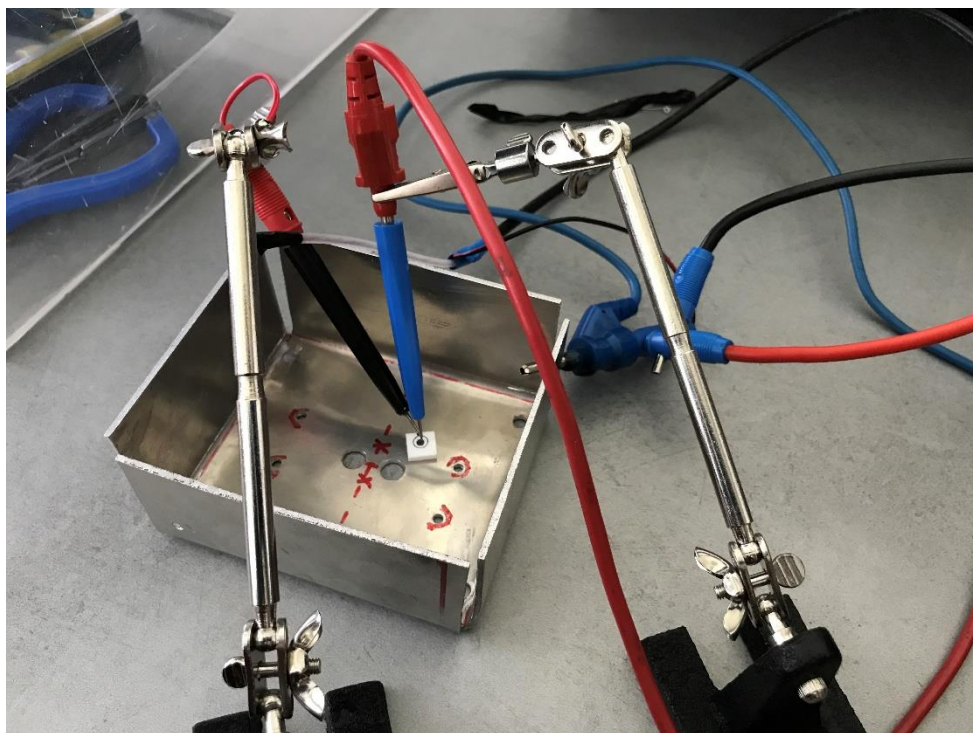
obr. 4.11 Keithley 6487 [22]

Při měření došlo ke komplikacím. Nebyl k dispozici žádný originální přípravek ani měřicí komora k měření těchto typů vzorků, proto musela být vytvořena provizorní Faradayova klec s elektrodami na měření. Stejný problém nastal v případě propojovacích kabelů a interlock konektoru, který povoluje přístroji přepnout se do rozsahu 500 V. V konektoru byly vyzkratovány piny dle návodu v datasheetu aby bylo možno měřit při tomto rozsahu.



obr. 4.13 Interlock konektor [21]

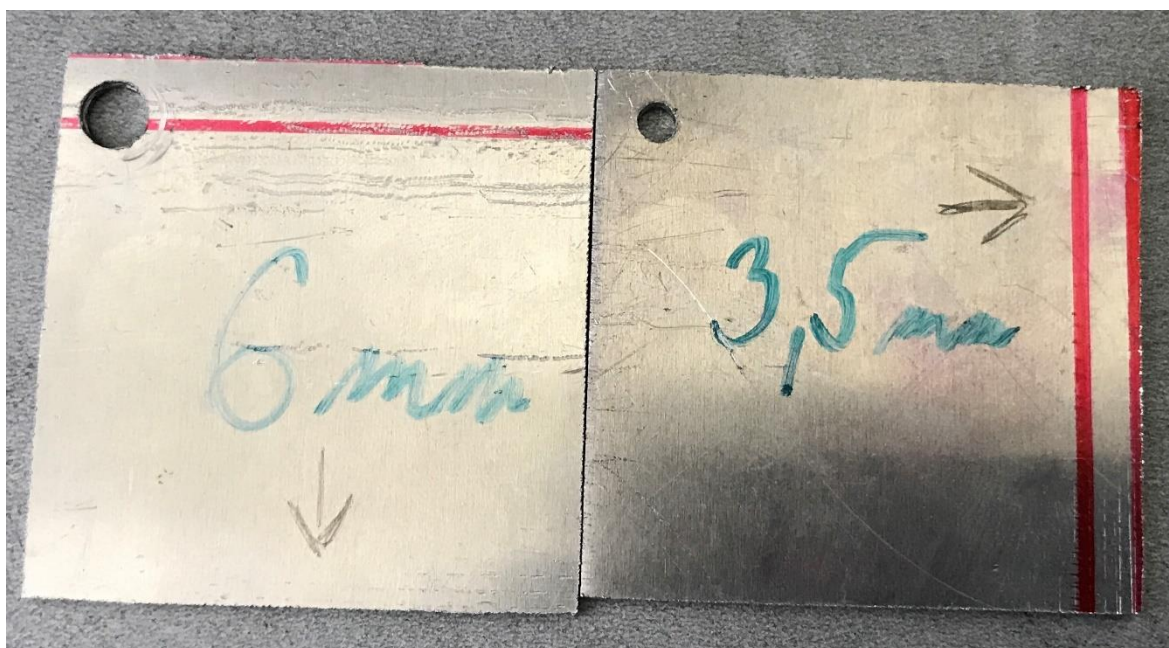
Co se týče kabelů byla použita přechodka z triaxiálního konektoru na konektor BNC. Pak mohl být použit klasický koaxiální kabel. Sondy byly vytvořeny pomocí kabelů s banánkovými konektory a násadami. Na Faradayovu klec byl použit hliník ve tvaru kvádru s jednou otevřenou stranou. Klec byla potřeba z důvodu odstínění. Při měření takto malých hodnot proudů jako jsou nA je velké rušení z okolí. Bez odstínění se hodnoty pohybovali v rozdílu několika řádů. Po odstínění se toto rušení výrazně snížilo, i tak bylo třeba měřený vzorek nechat několik minut ustálit.



obr. 4.12 Sondy a Faradayova klec

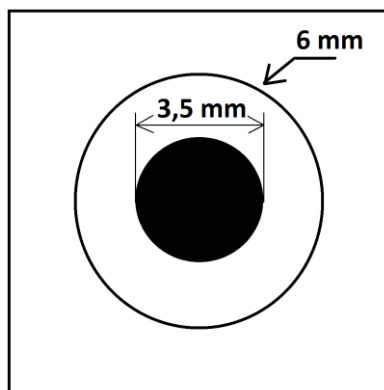
4.5.1 Příprava vzorků na měření

Před samotným měřením bylo potřeba vytvořit na vzorky vodivé elektrody na které se umístí sondy. Tyto elektrody musí mít známý poloměr a nutné bylo také zajistit opakovatelnost tohoto procesu a jejich přesné umístění. Za tímto účel byly vytvořeny dva přípravky. Jedná se o hliníkové destičky. Na každé je vyvrtána díra se stejně umístěným středem. Jedna má rozměr 3,5 mm a druhá 6 mm. Při umístění vzorku přesně do rohu plechu bude díra vždy umístěna na stejné místě a obě budou soustředné. Tímto byla zajištěna opakovatelnost procesu.



obr. 4.14 Přípravek na vytvoření elektrod

Po přiložení přípravku se pomocí grafitu vytvořily elektrody. Jedna menší elektroda má pokrytou celou plochu grafitem. Větší elektroda je pouze obtažena kolem menší elektrody.



obr. 4.15 Elektrodivý systém

Důvodem použití tohoto rozložení elektrod byla možnost použití vzorce pro výpočet povrchového odporu:

$$R_s = \frac{\rho_s}{2\pi} \ln\left(\frac{R_2}{R_1}\right) \quad (4.2) [23]$$

Kde ρ_s je odpor změřený přístrojem, R_2 poloměr větší elektrody a R_1 poloměr menší elektrody.

4.5.2 Výsledky měření

Výsledky jsou přehledně zpracovány v tabulce *Tabulka 4* se základními statistickými údaji jako je rozsah, průměr a směrodatná odchylka. Dle vyhledaných hodnot by korundová keramika měla mít odpor větší než $10^{14} \Omega$. [24] Tento rozdíl může být způsoben chybou při měření, jelikož jsme byli na hranici rozsahu přístroje. Další faktory, které mohli ovlivnit měření jsou například okolní rušení, které bylo nevhodně odstíněno nebo částičky hliníku a grafitu, které mohli ulpět na vzorku při výrobě elektrod.

	Profil	
	Optimalizovaný	Výrobce
Vzorek	Odpor R [Ω]	Odpor R [Ω]
1.	3,52037E+13	1,16568E+12
2.	1,92338E+13	2,09823E+12
3.	2,56451E+13	5,82842E+12
4.	9,67518E+12	1,74853E+13
5.	2,50622E+13	2,33137E+12
Průměr	2,30E+13	5,78E+12
Odchylka	9,38E+12	6,78E+12
Rozsah	2,55E+13	1,63E+13

Tabulka 4: Měření povrchového odporu

Můžeme vidět, že pouzdra, která byla vypálena podle optimalizovaného profilu mají v průměru o jeden řád vyšší povrchový odpor než pouzdra vypálená podle profilu výrobce. Tím pádem by z pohledu elektrických vlastností měl být vhodnější pro využití profil optimalizovaný. Jak je již výše zmíněno chyba při měření však mohla být značná, takže nelze jednoznačně určit, jestli jsou tyto naměřené hodnoty plně korektní.

ZÁVĚR

Bakalářská práce byla zaměřena na problematiku výroby keramických pouzder, detekci defektů, optimalizaci výrobní technologie a srovnání optimalizované technologie s technologií výrobce.

V praktické části byla nejprve vyrobena keramická struktura. Forma, použitá k výrobě však nebyla vhodná, kvůli nerovnoměrnému rozložení sil při lisování a následné deformaci pouzdra po sintraci. Byl proto vytvořen návrh nové formy, kde by nemělo k tomuto defektu docházet. Z časových důvodů nová forma nebyla vyrobena a otestována. Byl tak zvolen tvar čtverce bez dutiny, který se rovnoměrně slisuje a nezdeformuje se. Mohlo tak být učiněno, protože prioritní byli vlastnosti keramiky samotné, a ne pouzdra jako celku.

Dále byly takto vytvořené keramické struktury sintrovány podle profilu výrobce a podle optimalizovaného profilu. U optimalizovaného profilu byly výrazně zkráceny všechny části od předehřevu až po chlazení keramiky za účelem tento proces co nejvíce zkrátit při stále stejných nebo minimálně rozdílných vlastnostech.

Po vytvoření dvou skupin vzorků bylo přistoupeno k mechanickému testování. Testy probíhali ve spolupráci s firmou TDK Czech s.r.o. na zde dostupných přístrojích. Bylo odhaleno, že pouzdra od výrobce jsou tvrdší a křehčí, zatímco pouzdra vyrobená dle optimalizovaného profilu byla více pružná a vydržela tak větší sílu v ohybu. Ani jedna z těchto vlastností se nedá brát jako negativní, záleží na cílové aplikaci, kde by keramika byla použita.

Elektrické testy byli prováděny ve škole na zde dostupných zařízeních. Testován byl povrchový odpor keramiky. Pro toto měření byl vytvořen vlastní elektrodový systém, aby bylo možné vzorky měřit. Z měření bylo zjištěno, že vzorky podle optimalizovaného profilu mají odpor řádově 10^{13} zatímco vzorky dle profilu výrobce 10^{12} . Z tohoto vyplývá, že optimalizovaný profil je z hlediska elektrických vlastností vhodnější pro použití. Při měření se hodnoty pohybovaly na hranici rozsahů přístroje, tudíž může být do měření zanesena chyba. Pro přesnější posouzení by bylo třeba lepšího přístroje a aparatury pro měření.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] VALENTA, Ladislav. *Keramická příručka*. 2., V Silikátovém svazu 1., dopl. a upr. vyd. Praha: Silikátový svaz, 2007. ISBN 978-80-86821-46-7.
- [2] SPECIÁLNÍ KERAMICKÉ MATERIÁLY. *Www.fmmi.vsb.cz* [online]. Ostrava, 2013 [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: https://www.fmmi.vsb.cz/export/sites/fmmi/modin/cs/studijni-opory/resitelsky-tym-2-metalurgie/specialni-keramicke-materialy/Ovcacikova_Specialni-keramicke-materialy.pdf
- [3] *Granalox NM96xx Datasheet* [online]. [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: http://www.nabaltec.de/download/produkte/Granalox_NM96xx_Datasheet_EN.PDF
- [4] FRANCIS, Lorraine F. *Materials processing: a unified approach to processing of metals, ceramics and polymers*. Waltham, MA: Elsevier, 2016. ISBN 978-0-12-385132-1.
- [5] *Oxide ceramics* [online]. [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=oxide_ceramics
- [6] EDITED BY MYER KUTZ. *Handbook of materials selection*. [Online-Ausg.]. New York: J. Wiley, 2002. ISBN 978-047-0172-551.
- [7] *HARDNESS TESTING* [online]. [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: <http://www.struers.com/en-GB/Knowledge/Hardness-testing#hardness-testing-how-to>
- [8] *Metoda Hopkinsonovy měrné dělené tyče* [online]. [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: <http://www.tzb-info.cz/pozarni-bezpecnost-staveb/13449-vliv-plniva-na-mechanicke-a-dynamicke-vlastnosti-materialu-absorbujicich-razovou-energii>
- [9] *Typ L75 PT Vertikální dilatometr* [online]. [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: <http://www.rmi.cz/l75-pt-vertikalni-dilatometr-dil>
- [10] *HOT PLATE TECHNIQUE* [online]. In: . [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: https://dcyd0gg1hia3.cloudfront.net/fileadmin/_processed_/opt_Messprinzip_eines_W%C3%A4rmeflussmessers_92e87bb12e.png?1494490045

- [11] *XD7600NT-Ruby-FP* [online]. In: . [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: <http://www.etek-europe.com/wp-content/uploads/2014/01/XD7600NT-Ruby-FP-298x300.png>
- [12] BARLOW, Fred D. a Aicha. ELSHABINI. *Ceramic interconnect technology handbook*. Boca Raton, c2007. ISBN 978-084-9335-570.
- [13] Maranville, Clay W., "Radiographic imaging of microstructural defects in ceramic tapes" (1996). *Retrospective Theses and Dissertations*. 242. <http://lib.dr.iastate.edu/rtd/242>
- [14] *XD7600NT Ruby* [online]. [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: <http://www.nordson.com/en/divisions/dage/products/x-ray-inspection-systems/xd7600nt-ruby>
- [15] *Testing by the Guarded Hot Plate Method* [online]. [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: <https://www.ibp.fraunhofer.de/content/dam/ibp/en/documents/Fl-174-01-Flyer-Plattanapparat-Mai2011-Etc1021-92195.pdf>
- [16] *Volume Dilatometry by Norman Bekkedahl* [online]. [cit. 2017-12-06]. Dostupné z: http://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/jres/43/jresv43n2p145_A1b.pdf
- [17] *Shimadzu AGS-X* [online]. [cit. 2018-05-21]. Dostupné z: <http://www.itech-trading.com/articledetail.asp?id=13306>
- [18] *Pec ST-1700MX* [online]. [cit. 2018-05-25]. Dostupné z: https://www.alibaba.com/product-detail/1700C-High-Temperature-12L-Digital-PID_60723639240.html
- [19] *Tříbodová metoda ohybu* [online]. [cit. 2018-05-28]. Dostupné z: https://en.wikipedia.org/wiki/Flexural_strength
- [20] *Alumina Engineering Properties* [online]. [cit. 2018-05-28]. Dostupné z: <http://accuratus.com/pdf/96aluminaprops.pdf>
- [21] *Keithley: datasheet* [online]. [cit. 2018-05-28]. Dostupné z: [download.tek.com/manual/6487-901-01\(B-Mar2011\)\(Ref\).pdf](http://download.tek.com/manual/6487-901-01(B-Mar2011)(Ref).pdf)

- [22] *Keithley* [online]. [cit. 2018-05-28]. Dostupné z: <https://www.else.sk/teplomery/sk/laboratorny-multimeter/keithley-6487-picoammeter-zdroj-napatia-2870.html>

- [23] *Výpočet povrchového odporu* [online]. [cit. 2018-05-28]. Dostupné z: http://www.trekinc.com/pdf/1005_Resistivity_Resistance.pdf

- [24] *Odpor korundové keramiky* [online]. [cit. 2018-05-29]. Dostupné z: <https://hypertextbook.com/facts/2006/EuniceHuang.shtml>

SEZNAM TABULEK

Tabulka 1: Mechanické testování.....	43
Tabulka 2: Substrát 1mm	43
Tabulka 3: Přepočet na tlak.....	44
Tabulka 4: Měření povrchového odporu.....	48

A) PŘÍLOHY



MĚŘÍCÍ PROTOKOL – MĚŘENÍ PEVNOSTI

Obj. číslo		Číslo výpalu	
Typ jádra		Materiál	Al2O3
PID/MD			
Los číslo			
Typ testu		Rychlost	20mm/min
Limit F>	M	Test Type	Tlak
Zařízení	Shimadzu AGS-X	Číslo stroje	MS-0062 (I33065230208)
Operator		Test Datum	11.5.2018

Poznámka: ...

výrobce

Profil

Název	Max_Síla	Max_Disp_Zdvih
	Calc. at Entire	
Parametry	Plochas	
Jednotky	N	mm
1 _ 1	1339.87	0.29613
1 _ 2	1843.82	0.33973
1 _ 3	883.763	0.19957
Průměr	1355.82	0.27848
Standard		
odchylka	480.227	0.07173
Maximum	1843.82	0.33973
Minimum	883.763	0.19957
Rozsah	960.057	0.14016

Protokol 1

MĚŘÍCÍ PROTOKOL – MĚŘENÍ PEVNOSTI

Obj. číslo		Číslo výpalu	
Typ jádra		Materiál	
PID/MD			
Los číslo	VLASTNÍ		
Typ testu	M	Rychlost	20mm/min
Limit F>		Test Type	Tlak
Zařízení	Shimadzu AGS-X	Číslo stroje	MS-0062 (I33065230208)
Operator		Test Datum	25.5.2018

Poznámka: ...

Název	Max_Síla
	Calc. at Entire
Parametry	Plochas
Jednotky	N
1 _ 1	1446.23
1 _ 2	1529.76
1 _ 3	1287.50
Průměr	1421.16
Standard	
odchylka	100.478
Maximum	1529.76
Minimum	1061.92
Rozsah	242.26

Protokol 2

MĚŘICÍ PROTOKOL – MĚŘENÍ PEVNOSTI

Obj. číslo		Číslo výpalu	
Typ jádra		Materiál	AL2O3
PID/MD			
Los číslo			
Typ testu	M	Rychlost	20mm/min
Limit F>		Test Type	Tlak
Zařízení	Shimadzu AGS-X	Číslo stroje	MS-0062 (I33065230208)
Operator		Test Datum	11.5.2018

Poznámka: ...

vlastní

výroba

Název	Max_Síla	Max_Disp_Zdvih
	Calc. at Entire	
Parametry	Plochas	
Jednotky	N	mm
1 _ 1	2242.06	0.43670
1 _ 2	1547.99	0.28943
1 _ 3	814.018	0.19303
1 _ 4	2168.89	0.43643
1 _ 5	1992.46	0.36343
Průměr	1753.08	0.34380
Standard		
odchylka	590.170	0.10402
Maximum	2242.06	0.43670
Minimum	814.018	0.19303
Rozsah	1428.04	0.24367

Protokol 3

MĚŘÍCÍ PROTOKOL – MĚŘENÍ PEVNOSTI

Obj. číslo		Číslo výpalu	
Typ jádra		Materiál	
PID/MID			
Los číslo	1 mm		
Typ testu	M	Rychlost	20mm/min
Limit F>		Test Type	Tlak
Zařízení	Shimadzu AGS-X	Číslo stroje	MS-0062 (I33065230208)
Operator		Test Datum	25.5.2018

Poznámka: ...

Název	Max_Síla
Parametry	Calc. at Entire
Jednotky	Plochas
	N
1 _ 1	120.245
1 _ 2	106.077
1 _ 3	165.928
1 _ 4	100.302
1 _ 5	127.943
Průměr	124.099
Standard	
odchylka	25.8379
Maximum	165.928
Minimum	100.302
Rozsah	65.6260

Protokol 4

MĚŘICÍ PROTOKOL – MĚŘENÍ PEVNOSTI

Obj. číslo		Číslo výpalu	
Typ jádra		Materiál	
PID/MD			
Los číslo	PROFILE		
Typ testu	M	Rychlost	20mm/min
Limit F>		Test Type	Tlak
Zařízení	Shimadzu AGS-X	Číslo stroje	MS-0062 (I33065230208)
Operator		Test Datum	25.5.2018

Poznámka: ...

Název	Max_Síla
Parametry	Calc. at Entire
Jednotky	Plochas
	N
1 _ 1	1194.91
1 _ 2	1112.61
1 _ 3	2029.08
1 _ 4	1251.22
1 _ 5	1561.41
Průměr	1429.85
Standard	
odchylka	375.543
Maximum	2029.08
Minimum	1112.61
Rozsah	916.470

Protokol 5